

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# NÁVRH KONCEPCE A VÝVOJ JEDNOÚČELOVÉHO RASTROVACÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

CONCEPT AND DEVELOPMENT OF SINGLE-PURPOSE SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

DOKTORSKÁ PRÁCE

DOCTORAL THESIS

*AUTOR PRÁCE*

AUTHOR

*ING. ZDENĚK FORET*

*VEDOUCÍ PRÁCE*

SUPERVISOR

*prof. Ing. Jiří Švejcar, CSc.*

BRNO 2010

## **ABSTRAKT**

Elektronová mikroskopie se stala nepostradatelnou složkou v mnoha vědních oborech, kde napomáhá k novým objevům. Samotná mikroskopie je stále rozvíjena a jsou překonávány limity, jež se zdály být nepřekonatelné. Přístroje se stávají uživatelsky pohodlnější a jejich mobilita umožňuje flexibilní použití v terénu.

**Předmětem této práce je návrh rastrovacího elektronového mikroskopu, výpočet magnetického obvodu imerzního objektivu kombinovaného s uzavřeným objektivem, teoretický výpočet rozlišení mikroskopu a konstrukční návrh řešení mechanické části mikroskopu s manipulátorem vzorku.**

Disertační práce pojednává o rozvoji elektronové mikroskopie a stručně shrnuje vývoj od samého počátku až do současnosti. Dále se také zabývá elektronovými zdroji, zvláště pak Shottkyho katodou, která má být hlavním předmětem pozorování navrženým přístrojem. Práce obsahuje popis výpočtu rozlišení mikroskopu. Je popsán výpočet rozlišení jako funkce rozložení hustoty proudu. Neméně zajímavou oblastí, které se dotýká teoretická část, je detekce signálu, popis několika druhů detektorů a možné zpracování signálu.

Řešení disertační práce zahrnuje popis koncepce navrženého skenovacího elektronového mikroskopu s vysvětlením rozdělení funkce kombinovaného objektivu. Optické schéma ukazuje uspořádání elektronové optiky a rozdělení tlaku v komoře mikroskopu. Teoretická část se věnuje návrhu magnetického obvodu objektivu a výpočtu rozlišení mikroskopu pro daný rozsah pracovních vzdáleností. Byly řešeny dvě modifikace návrhu objektivu - uzavřený jednoduchý objektiv a kombinovaný objektiv uzavřený s imerzním, tvořící jeden celek. Výsledky obou modifikací jsou uvedeny pro možnost porovnání parametrů. Kombinovaný objektiv byl navržen s možností práce ve dvou módech, jako imerzní a uzavřený objektiv. Vychylovací systém je rozdělen též do dvou módů, a to jako jednopatrové vychylování pro uzavřený objektiv a dvoupatrové pro imerzní. K detekci signálu bude využito detektorů pro sekundární elektrony (SE) a zpětně odražené elektrony (BSE).

Konstrukční ztvárnění mikroskopu je další obsáhlou částí, která zachycuje nejdůležitější konstrukční části mikroskopu. Obsahem technického řešení je trojrozměrný počítačový model, vytvořený v programu Autodesk Inventor, který zahrnuje i manipulátor vzorku poháněný piezoelektrickými posuvy.

## **SUMMARY**

Electron microscopy has become an essential component in many scientific fields, in which it contributes to new discoveries. The microscopy itself is continually being developed and the limits, which seemed to be insurmountable, have been overcome. The instruments have become user-friendlier and their mobility enables flexible practical use in the field.

The subject of this work is the design of a scanning electron microscope, the calculation of a magnetic circuit of an immersion objective combined with standard lens, the theoretical calculation of a microscope resolution and the design solution of the mechanical parts of the microscope with a sample manipulator.

The thesis includes a description of the electron microscopy development summarizing it briefly from the very beginning up to now. It also deals with electron sources, especially the Shottky cathode, which is to be the main object observed by the proposed device. The work also contains a description of the calculation of the microscope resolution as a function of the current density distribution. Another interesting issue included in the theoretical part is the signal detection, a description of several types of detectors and possible signal processing.

The solution of the thesis includes a description of the concept of the scanning electron microscope with an explanation of the distribution of combined lens functions. The optical diagram shows the arrangement of the electron optics system and the distribution of pressure in the chamber of the microscope. The theoretical calculation is devoted to the magnetic circuit design of the objective and to the resolution of the microscope for a given extent of working distances. Two modifications of the lens were designed – a standard simple objective and a combination of the standard objective with the immersion magnetic one. The results of both modifications are given for the parameters to be compared. The combined objective was designed with the possibility of use in two modes, as a standard and immersion lens. The deflection system is also divided into two modes, as a single deflection for the standard lens and as a two-dimension deflection for the immersion lens. Detectors for secondary electrons (SE) and detectors for back scattered electrons (BSE) will be used for the signal detection.

The design of the microscope is another large part, which gives details on the most significant components of the microscope. The content of the technical solution is a three-dimensional computer model, created in Autodesk Inventor, which also includes a sample manipulator driven by piezoelectric actuators.

## KLÍČOVÁ SLOVA

elektronová mikroskopie, magnetické čočky, sekundární elektrony, zpětně odražené elektrony, elektronový zdroj

## KEY WORDS

electron microscopy, magnetic lenses, secondary electrons, back scattered electrons, electron gun

FORET, Z. Návrh koncepce a vývoj jednoúčelového rastrovacího elektronového mikroskopu. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 84 s. Vedoucí dizertační práce prof. Ing. Jiří Švejcar, CSc.,

## Prohlášení autora o původnosti díla:

Prohlašuji, že jsem tuto vysokoškolskou kvalifikační práci vypracoval samostatně pod vedením vedoucího disertační práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury. Jako autor uvedené disertační práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této disertační práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Modřicích dne 25. 3. 2010

#### Poděkování:

Na tomto místě bych rád poděkoval svým kolegům za cenné rady, přátelům a mé rodině za trpělivost během mého studia. Děkuji mému školiteli prof. Ing. Jířímu Švejcarovi, CSc. za vedení disertační práce a společnosti Delong Instruments a. s., za to, že mi umožnila na tomto projektu pracovat.

# OBSAH

<b>ABSTRAKT .....</b>	<b>2</b>
<b>SUMMARY .....</b>	<b>3</b>
<b>OBSAH.....</b>	<b>7</b>
<b>2 ÚVOD .....</b>	<b>9</b>
<b>3 VÝVOJ A SOUČASNÝ STAV ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE .....</b>	<b>10</b>
3.1 VÝVOJ ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE.....	10
3.2 VÝVOJ RASTROVACÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU.....	17
3.3 ELEKTRONOVÉ ZDROJE .....	20
3.3.1 TERMOEMISNÍ ZDROJE .....	21
3.3.2 AUTOEMISNÍ ZDROJE.....	21
3.3.3 TERMOAUTOEMISNÍ ZDROJE.....	22
3.3.4 SHOTTKYHO KATODA.....	23
<b>4 TEORETICKÉ ROZLIŠENÍ ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU A DETEKCE SIGNÁLU .....</b>	<b>27</b>
4.1 ROZLIŠENÍ ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU.....	27
4.2 VELIKOST STOPY V ZÁVISLOSTI NA ROZLOŽENÍ HUSTOTY PROUDU .....	28
4.3 DETEKCE A ZPRACOVÁNÍ SIGNÁLU.....	29
<b>5 CÍL DISERTAČNÍ PRÁCE .....</b>	<b>32</b>
<b>6 KONCEPCE ŘEŠENÉHO RASTROVACÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU .....</b>	<b>33</b>
6.1 OPTICKÉ USPOŘÁDÁNÍ ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU .....	33
6.2 ELEKTRONOVÁ TRYSKA .....	37
6.3 OBJEKTIV MIKROSKOPU.....	38
6.4 RASTROVACÍ A DETEKČNÍ SOUSTAVA .....	39
6.5 MANIPULÁTOR VZORKU .....	41
6.6 USPOŘÁDÁNÍ VAKUOVÉHO SYSTÉMU .....	41
6.7 ELEKTRONIKA A ŘÍDICÍ SYSTÉM.....	42
<b>7 TEORETICKÉ VÝPOČTY .....</b>	<b>43</b>
7.1 NÁVRH MAGNETICKÉHO OBVODU OBJEKTIVU .....	43
7.1.1 IMERZNÍ OBJEKTIV .....	45
7.1.2 UZAVŘENÝ OBJEKTIV KOMBINOVANÝ.....	51
7.1.3 UZAVŘENÝ OBJEKTIV SAMOSTATNÝ.....	54
7.2 VYCHYLOVACÍ SOUSTAVA .....	57
7.3 NÁVRH BUDÍCÍHO VINUTÍ .....	58

<b>8 TECHNICKÉ ŘEŠENÍ .....</b>	<b>61</b>
8.1 OBJEKTIV .....	63
8.2 VYCHYLOVACÍ SOUSTAVA .....	64
8.3 KOMORA VZORKU .....	67
8.4 NÁVRHY MANIPULÁTORŮ .....	68
8.4.1 MANIPULÁTOR S RUČNÍM POSUVEM .....	68
8.4.2 MANIPULÁTOR S PIEZOELEKTRICKÝM POSUVEM .....	70
8.5 VAKUOVÝ SYSTÉM .....	73
8.6 DETEKTORY ELEKTRONŮ .....	75
8.6.1 DETEKCE SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ (SE) .....	75
8.6.2 DETEKCE ZPĚTNĚ ODRAŽENÝCH ELEKTRONŮ (BSE) .....	76
<b>9 DISKUSE VÝSLEDKŮ .....</b>	<b>77</b>
<b>10 ZÁVĚR .....</b>	<b>79</b>
<b>POUŽITÁ LITERATURA .....</b>	<b>80</b>
<b>AUTOROVY PUBLIKACE .....</b>	<b>83</b>
<b>SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK .....</b>	<b>84</b>

## 2 ÚVOD

V dnešní době, žijící nanotechnologiemi, nachází elektronová mikroskopie stále větší uplatnění v různorodých odvětvích, jak v biologii, tak i v pozorování povrchových mikrostruktur materiálů, zejména při inspekci elektronických součástek, například čipů, waferů a podobně. Současně s rostoucím využitím se zvyšují i nároky na technickou realizaci elektronových mikroskopů, aby aplikace byla snadná a rychlá, přesto kvalita získaného zobrazení byla co nejvyšší.

Od sestavení prvního elektronového mikroskopu E. Ruskou a M. Knollem v roce 1931 zaznamenala elektronová mikroskopie značný vývoj. Důvodem byl rozvoj nových technik, podrobnější znalosti vlastností použitých materiálů i vývoj elektronových zdrojů s menším bodovým zdrojem. V posledních letech značně přispěl k pokroku v elektronové mikroskopii i rozmach výpočetní techniky. Přestože elektronová mikroskopie je ve své podstatě rozdělena na dva principy, na transmisní (TEM) a rastrovací elektronovou mikroskopii (SEM), její aplikace je mnohem rozsáhlejší. Odlišnost metod a pozorovaných vzorků vedla k vývoji mnoha směrů elektronové mikroskopie, například rastrovací transmisní elektronové mikroskopii (STEM) nebo environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu (ESEM), v krystalografii se pak uplatnila elektronová difrakce. Získání lepšího kontrastu u biologických vzorků umožňuje nízkovoltový mikroskop LVEM.

Vývojem a výrobou elektronových mikroskopů se zabývají například společnosti TESCAN, s.r.o.; FEI; Carl Zeiss; JEOL, Hitachi nebo DeLong Instruments, a. s. Mikroskopy těchto firem jsou rozšířeny po celém světě a umožňují pozorování struktur s velkým rozlišením. Kvalita zobrazení a vhodná aplikace však záleží na uspořádání optického systému elektronového mikroskopu.

Tato disertační práce se zabývá návrhem elektronového rastrovacího mikroskopu (SEM), určeného pro pozorování Shottkyho katod v průběhu výroby. Je pojednáno o výrobě Shottkyho katod a zpracování jejich parametrů. Stěžejní částí práce je návrh optického systému, zejména kombinovaného imerzního objektivu s uzavřeným objektivem, které spolu tvoří jeden optický celek. Dále se práce zaměřuje na výpočet rozlišovací schopnosti mikroskopu. Je popsán návrh vypracovaného technického řešení mikroskopu, elektronové optiky, komory mikroskopu a manipulátoru vzorku poháněného piezoelektrickými motory.

### **3 VÝVOJ A SOUČASNÝ STAV ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE**

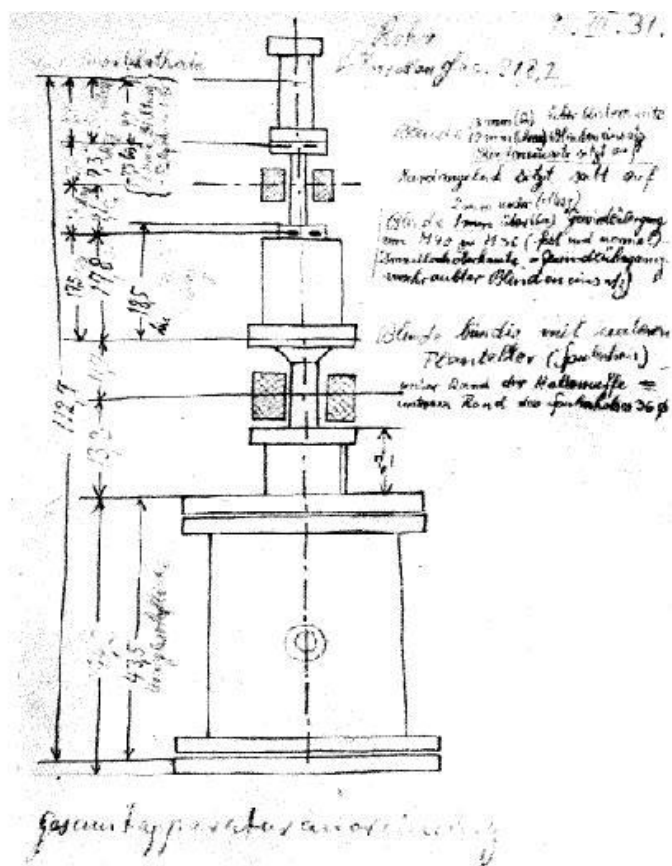
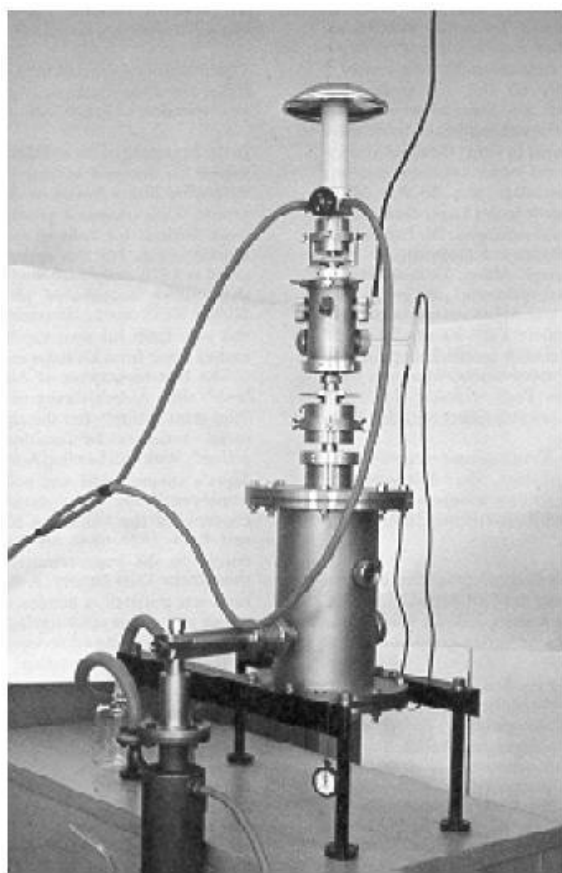
Elektronový mikroskop se skládá z mechanické části, optiky, řídicí elektroniky a vakuového systému. Každá z těchto částí se vyvíjela a modernizovala podle nových trendů, které přišly s novými objevy. Z hlediska této práce je zajímavá elektronová optika, elektronové zdroje a mechanická část, jejichž zdokonalování i způsob navrhování vedly k vyššímu rozlišení pozorovaných preparátů. Vysokorozlišovací mikroskopy vyžadují vyšší vakuum, především v komoře elektronového zdroje, což vedlo k postupnému zdokonalování vakuového zařízení. Navrhování elektronové optiky bylo zpočátku intuitivní, s příchodem výpočetní techniky byly řešeny nové matematické modely, které umožnily rychlejší výpočet magnetického pole, a počítačovou simulaci, pomocí níž je možné zobrazit trajektorii pohybu elektronu v magnetickém poli.

#### **3.1 VÝVOJ ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPIE**

S objevem elektronu, který učinil roku 1897 J. J. Thomson, se pomalu začala rodit elektronová optika. Louis de Broglie v roce 1925 popisuje souvislost mezi vlnovou délkou a pohybujícím se elektronem [1]. V roce 1926 D. Gabor při svém experimentu s vysokovoltovým oscilografem zhotovil fokusující cívku v kovovém pouzdře. Nejprve byl použit dlouhý solenoid bez kovového pláště pro fokusaci elektronového svazku emitujícího ze zdroje do malé stopy na fluorescenčním stínítku. Toto řešení není shodné se zobrazením skleněné čočky, a nepřináší tak žádné zvětšení. Gabor ukázal, že krátká cívka je schopna fokusace elektronového svazku. Pro tento jev přináší vysvětlení H. Busch [2], který spočítal trajektorii elektronu pohybujícího se v magnetickém poli krátké cívky a zjistil, že působení cívky na svazek elektronů je stejné, jako působení skleněné čočky na světelný svazek. Na tyto výsledky navazují Max Knoll a Ernst Ruska, kteří staví testovací zařízení pro vyzkoušení této teorie. Z jejich pokusu se v roce 1931 zrodil na Berlínské Technické Universitě první elektronový mikroskop (obr. 3.1). Pozdější provedení elektronového mikroskopu, který v roce 1933 sestrojil E. Ruska, ukazuje obrázek 3.2.

Elektronový mikroskop, který sestrojili, měl pouze demonstrovat princip funkce elektronové mikroskopie. Za tento objev obdržel Ernst Ruska v roce 1986 Nobelovu cenu [3]. První komerčně produkováný elektronový mikroskop na světě sestrojili v roce 1939 Ernst Ruska a Bodo Von Borries ve společnosti Siemens.

Vývoji elektronového mikroskopu se začali věnovat další vědci a společnosti, například Manfred von Ardenne sestrojil v Berlíně roku 1937 skenovací transmisní mikroskop (STEM) [4]. Na universitě v Torontu v roce 1938 Cecil Hall, James Hiller a Albert Prebus pod vedením Eli Burtona vyvinuli elektronový mikroskop, který se později stal základem pro výrobu mikroskopů v Radio Corporation of America's, jejichž „Model B“ byl prvním komerčně vyráběným elektronovým mikroskopem v severní Americe.



Obr. 3.1: Vlevo fotografie funkčního přístroje, vpravo náčrt (9. března 1931) pro sestavení testovacího zařízení k zobrazení elektronového svazku pomocí magnetických čoček [1].

Vývoji elektronových mikroskopů se v Evropě věnovaly společnosti jako Carl Zeiss, Siemens a Philips. V roce 1939 se elektronové mikroskopii začínají věnovat také japonští vědci

ve společnosti Japan Electron Optics Laboratory (JEOL) [6]. Dalšími společnostmi v Japonsku byly například Hitachi, Toshiba a Akashi.

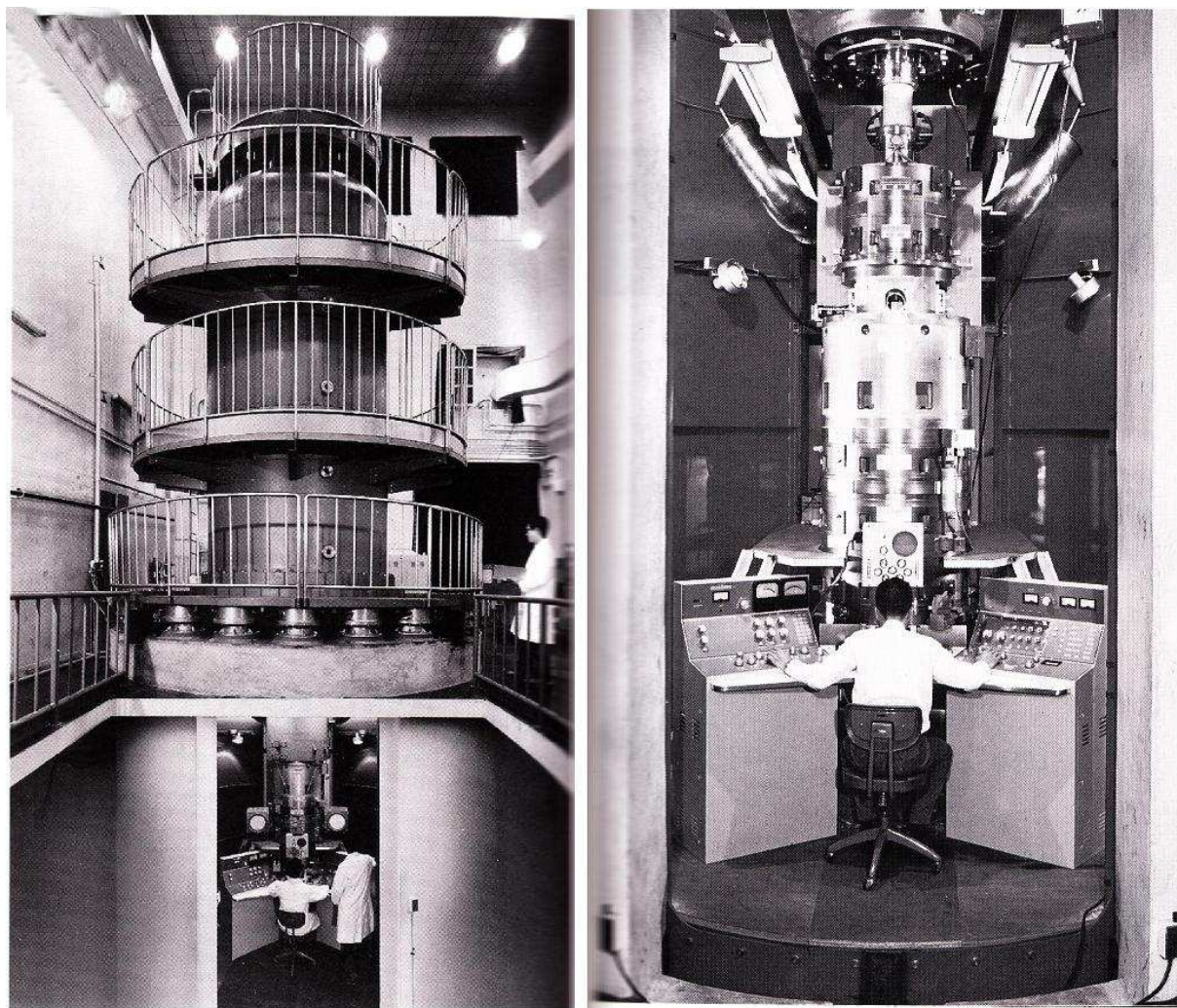
Prakticky první publikaci o základech elektronové mikroskopie vydal až v roce 1949 Heidenreich. Rozlišení mikroskopů se v té době pohybovalo okolo 10 nm při urychlovacím napětí 50 kV. V 50. letech 20. století byla vypracována teorie kontrastu a při urychlovacím napětí 100 kV bylo již dosahováno rozlišení 0,5-2 nm.



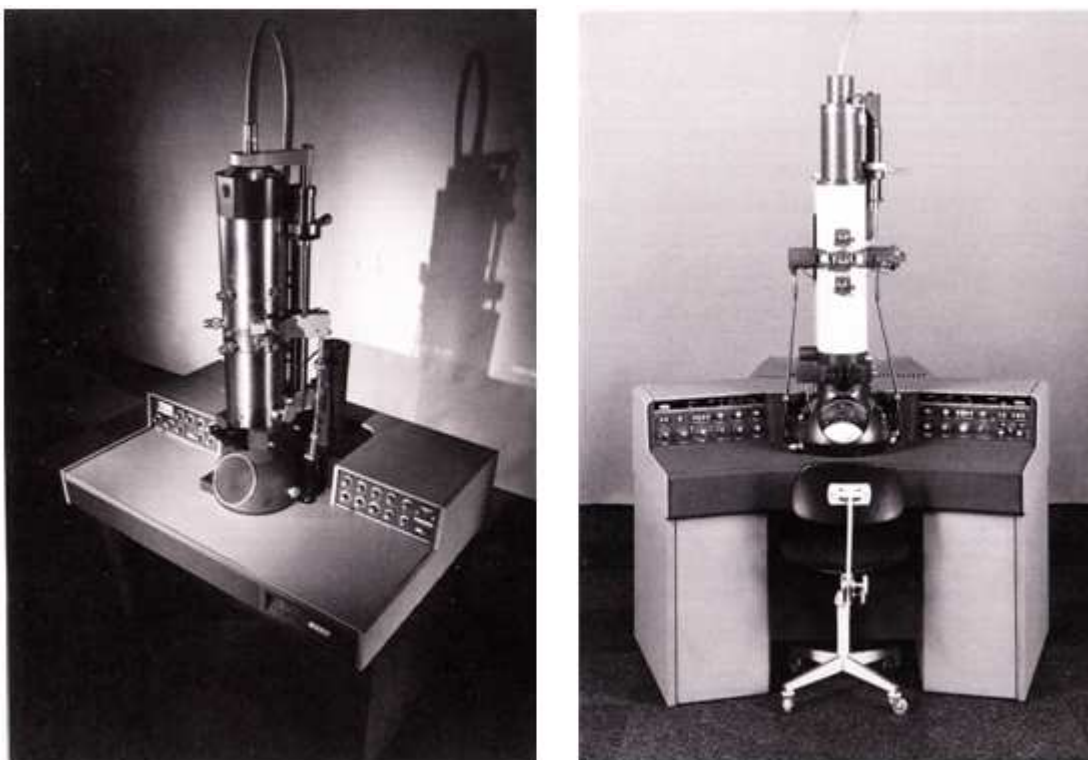
Obr. 3.2: Elektronový mikroskop sestavený E. Ruskou v roce 1933 [5].

Teprve v 60. letech 20. století byl sestaven rastrovací elektronový mikroskop (SEM), který poskytl nové možnosti zejména v materiálových vědách. Výhodou SEM je především možnost pozorování jiných vzorků než transparentních (tenkých fólií nebo replik). Pozorování kovů, polovodičů a jiných podobných materiálů není tak náročné na přípravu, jako například

u biologických materiálů. (Technikám přípravy preparátů se podrobně věnuje například ROBARDS a SLEYTR [7]). Maximální rozlišení bylo v té době 15–20 nm. V transmisní elektronové mikroskopii se začaly stavět mikroskopy s vysokovoltovými zdroji v řádech MeV a je dosahováno rozlišení až 0,2 nm. Obrázek 3.3 ukazuje 3 MeV transmisní mikroskop firmy Hitachi.



Obr. 3.3: Elektronový mikroskop s urychlujícím napětím 3 MeV, model HU-3000 (1970), rozlišení 4,6 Å. Osacká Universita, Japonsko [6].



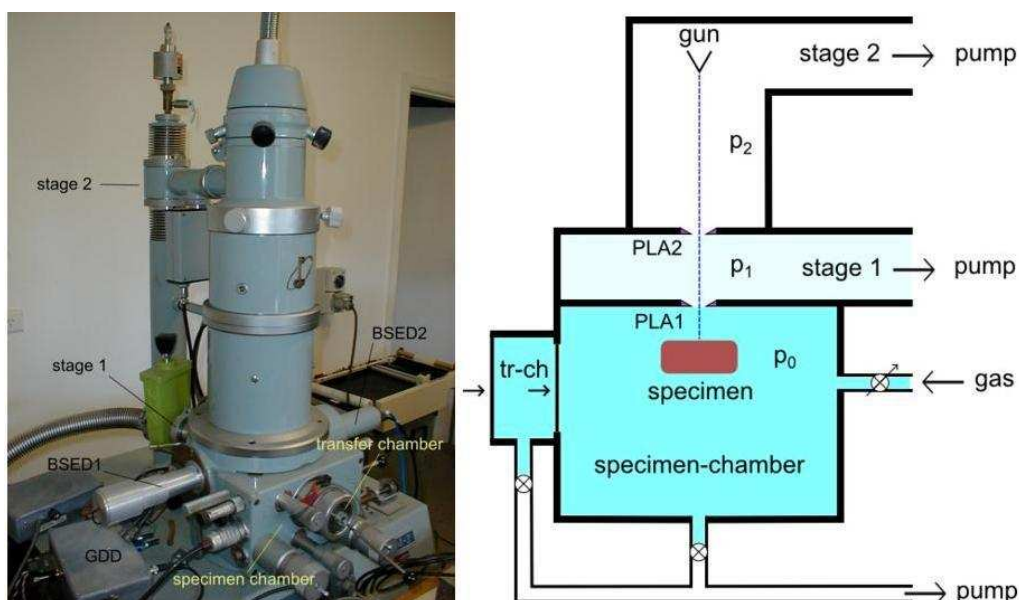
Obr. 3.4: TEM společnosti Philips, vlevo série EM 201, vpravo série EM 400 [6].

V 70. letech 20. století se elektronová mikroskopie rapidně rozvíjela ve všech směrech. Vývoj elektronových zdrojů přinesl katodu z krystalu  $\text{LaB}_6$  – hexaboridu lanthanu a autoemisní katody (FEG – Field Emission Gun). V autoemisní katodě dochází k emisi elektronů z velmi úzké, přesně definované oblasti. Hustota proudu u tohoto typu zdroje je asi 100–1000x větší než u  $\text{LaB}_6$ . Doporučený pracovní tlak pro autoemisní katody je  $10^{-9}$ - $10^{-10}$  Torr. Vývoj rastrovacích cívek vedl k přesnějšímu rastrování a nové detektory umožnily zlepšení detekce elektronů. V této době se nejčastěji používali zdroje s maximálním urychlujícím napětím 100 kV. Vývoj přinesl levnější a více automatizované elektronové mikroskopy, uživatelsky méně náročné, jako například model EM 201, který uvedl Philips na trh v roce 1970 (obr. 3.4). V modelu EM 400 použila společnost Philips jako zdroj elektronů katodu  $\text{LaB}_6$ . Ta má proti běžně používanému wolframovému vláknu až 10x větší proudovou hustotu, na druhou stranu vyžaduje menší pracovní tlak –  $10^{-6}$  Torr. Například mikroskop JEM-100C byl vyráběn s vestavěným goniometrem se stranovým přístupem (SEG - Eucentric Side Entry Goniometer), energiově disperzním spektrometrem a se zařízením pro kontrolou parametrů elektronového svazku (ASID - Advanced Scanning Imaging Device), což rozšířilo možnosti pozorování. Mikroskopy této řady dosahovaly rozlišení 0,34 nm při urychlovacím napětí

100kV (JEM-100C, 1973; vylepšený model JEM-100CX, 1976). V roce 1976 vzniká vylepšená verze mikroskopu JEM-100CX, ve kterém je použita katoda  $\text{LaB}_6$ . Tento upravený přístroj byl vhodný pro širší využití pozorování, a díky svým vlastnostem se stal nejprodávanějším mikroskopem na světě.

Počátkem 80. let 20. století se u TEM dosahuje rozlišení 0,15 nm. SEM je schopný rozlišení 5 nm. S rozvojem počítačové techniky se aplikují prvky, které umožňují automatickou fokusaci a automatické nastavení stigmátoru, čímž se stává elektronový mikroskop uživatelsky příjemnějším.

V roce 1988 společnost Electroscan vyrobila první komerčně vyráběný environmentální rastrovací elektronový mikroskop (ESEM – Environmental Scanning Electron Microscope), jehož prototyp znázorňuje obr. 3.5. Při pozorování vzorku s volitelným vakuem v ESEM je možné přiblížit se přirozenějším podmínkám daného vzorku, to umožňuje pozorovat nevodivé vzorky, mokré preparáty a dokonce i živé mikroorganismy. Tubus mikroskopu je rozdělen clonami, které limitují tlak v dané části, a tlak v prostoru elektronové trysky je tak oddělen od prostoru, kde je umístěn vzorek (obr. 3.5 vpravo).



Obr. 3.5: Prototyp environmentálního elektronového mikroskopu, schéma rozdělení tlaků [8].

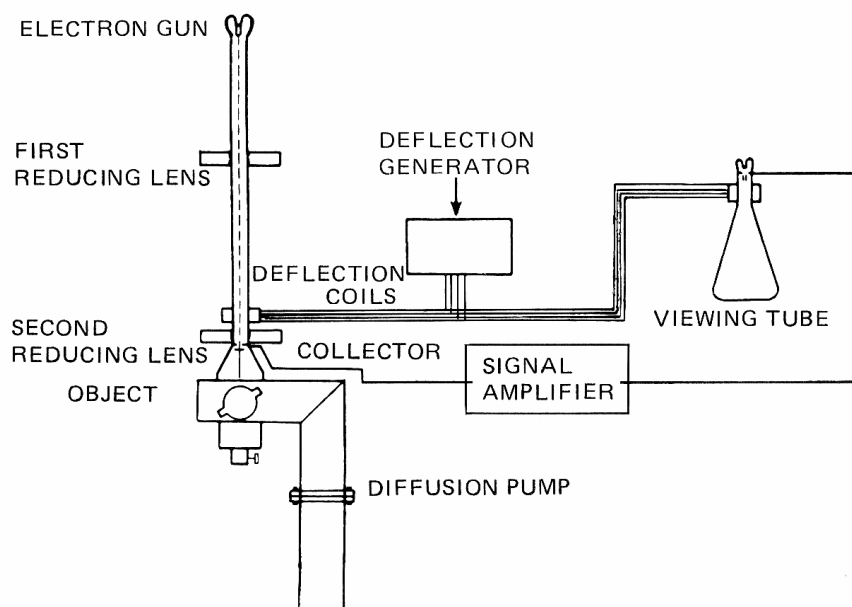
V 90. letech minulého století se produkce elektronových mikroskopů některých společností slučuje, například Philips koupil Elektroscan a následující léta působí pod jménem Philips Electron Optics, než dojde ke sloučení se společností FEI, pod jejímž názvem působí ve vývoji elektronových mikroskopů dosud. Carl Zeiss a Leica se spojují a jejich další vývoj elektronových mikroskopů pokračuje ve společnosti LEO Electron Microscopy. TEM dosahují hranice rozlišení  $\sim 0,1$  nm a autoemisní elektronové zdroje se stávají standardní výbavou mikroskopů. FEI v roce 2004 prolomila dosavadní bariéru rozlišení 0,1nm s přístrojem 200kV Tecnai™. Běžné urychlovací napětí se pohybuje mezi 100-300 kV. SEM poskytují rozlišení pod 1 nm s elektronovým autoemisním i termoemisním zdrojem elektronů a s katodou  $\text{LaB}_6$  se rozlišení pohybuje  $\sim 3$  nm [6]. S rychlým vývojem výpočetní techniky se počítače stávají nepostradatelnou součástí elektronových mikroskopů, jak při ovládní, tak i při navrhování elektronové optiky.

Jelikož je tato práce zaměřena na vývoj rastrovacího elektronového mikroskopu, bude další kapitola věnována především počátkům vývoje SEM až po jeho první komerčně vyráběný prototyp a stručnému přehledu následného vývoje do současnosti.

### 3.2 VÝVOJ RASTROVACÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

Jak už bylo zmíněno, v 60. letech 20. století byl sestaven první komerčně vyráběný rastrovací elektronový mikroskop (SEM). Počátky vzniku SEM však sahají až do roku 1938, kdy von Ardenne přidal skenovací cívkou do transmisního mikroskopu, a tím vznikl STEM [9], pracující s urychlujícím napětím 23 kV, se zvětšením 8000x a s rozlišením 50-100 nm. První SEM, používaný k pozorování tenkých vzorků, popsali Zworykin, Hillier a Snyder v roce 1942, kdy zároveň publikovali základy moderní skenovací elektronové mikroskopie. Sestavili SEM (obr. 3.6), který dosahoval rozlišení jako světelný mikroskop. Zworykin zredukoval průměr elektronového svazku, čímž zlepšil rozlišovací schopnost SEM, a analyzoval vztah mezi aberacemi čočky, hustotou proudu ve svazku a velikostí stopy. Vývoj SEM byl bohužel přerušen druhou světovou válkou.

V roce 1948 se začíná vývoji SEM věnovat C. W. Oatley na univerzitě v Cambridge. Spolu s McMullanem postavili na Cambridžské univerzitě první SEM a v roce 1952 dosáhl jejich mikroskop rozlišení 50 nm [10]. McMullan byl následován K. C. A. Smithem (1956), který zjistil, že úpravou signálu lze dosáhnout lepšího zobrazení. Mimo jiné uplatnil nelineární zesilovač ( $\gamma$  processing), změnil elektrostatické čočky na magnetické, vylepšil skenovací systém použitím dvoupatrového rastrování a byl první, kdo použil v SEM stigmátor.



Obr. 3.6: Schéma rastrovacího elektronového mikroskopu z roku 1942 [11].

Posun ve vývoji nastal, když Zworykin z důvodů odstranění šumu použil účinnější detektor a pomalé rastrování elektronového svazku. Detektor byl kombinací fosforu a fotonásobiče. Tento detektor po čase zdokonalili Everhart a Thornley (1960), kteří na vlnovod umístili scintilátor a na jeho čelo zesilovač. Tato úprava zlepšila zisk signálu a zvýšila poměr mezi signálem a šumem. Pak mohl být i slabý signál lépe zpracován. S tímto detektorem byli Oatley a Everhart schopni pozorovat nový jev, zvaný *napěťový kontrast* (1957) [12].

Pease postavil přístroj známý jako SEM V, který se skládal ze tří magnetických čoček s elektronovým zdrojem a Everhart–Thornleyho detektoru. Tento přístroj byl předlohou prototypu Cambridge Scientific Instruments Mark I, který byl představen roku 1965.

Mezi lety 1966–1969 produkuje JEOL 4 komerční přístroje SEM: JSM-1, JSM-2, JSM-U a JSM-U3. Mikroskopy byly schopny pracovat s urychlujícím napětím od 5 kV do 50 kV. Mikroskop JSM-1 dosahoval rozlišení 50 nm, které bylo zlepšeno až na 20 nm u přístroje JSM-U3.

Philips v roce 1977 vyrábí SEM 501 s maximálním urychlujícím napětím 30 kV a rozlišením 7 nm. V mikroskopu SEM 501B v roce 1979 je poprvé aplikován EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) a WDS (Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy) rentgenový analyzátor. Mezi lety 1980-1986 vyvíjí několik typů mikroskopu. Mikroskop JSM-IC845 má manipulátor, na který je možné umístit šestipalcový polovodičový wafer a v JSM-IC848 je dokonce chlazený držák pro umístění devítipalcového wafru. Vůbec nejprodávanějším typem mikroskopu se stal předchůdce výše zmíněných přístrojů JSM 840. V roce 1986 byly mikroskopy JSM-T220 a JSM-T330 vybaveny autostigmátorem a autofokusací.

Philips u modelu SEM 505 v roce 1980 instaluje nový scintilátor pro detekci zpětně odražených elektronů, který má 200x větší citlivost než předešlé detektory. V roce 1984 vylepšují SEM 515 přidáním počítačové kontroly automatického zaostření a korekce astigmatismu.

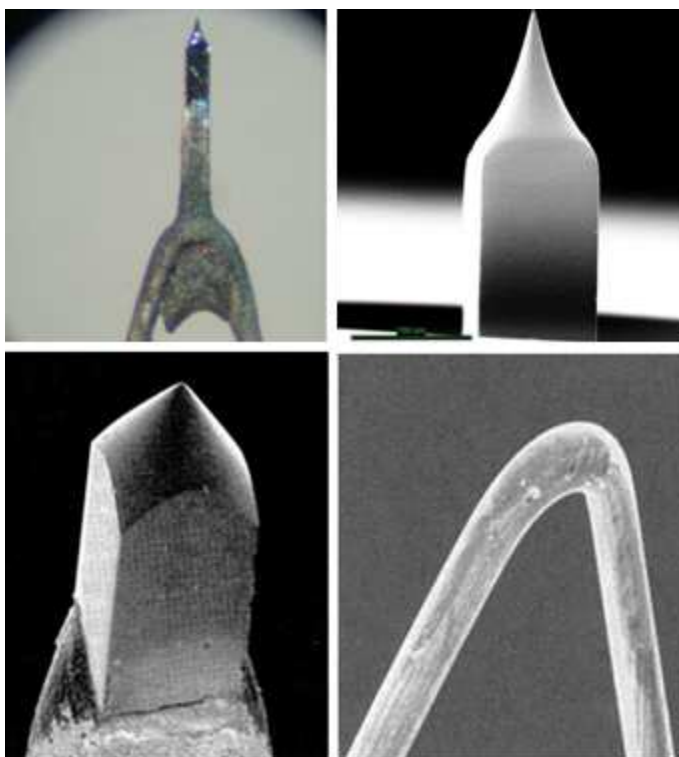
V 90. letech JEOL vyrábí mikroskopy se standardním urychlujícím napětím 30 kV. Rozlišení jejich SEM přístrojů se pohybuje mezi 3-3,5 nm a analytický FEG SEM je schopný dosáhnout rozlišení až 1 nm.

Hitachi vyrábí standardní SEM, SEM s proměnným tlakem a FEG SEM. SEM dosahovaly rozlišení ~ 4 nm při urychlujícím napětí 25 kV, mikroskopy s proměnným tlakem dosahovaly rozlišení 3 nm při 25 kV a přístroje FEG 1,5 nm při 15 kV.

V roce 1992 FEI uvádí na trh model ESEM Explorer. Tento environmentální mikroskop měl pracovní tlak až 20 Torr. V roce 1994 ESEM 2020 mohl dosáhnout pracovního tlaku v komoře vzorku až 50 Torr [13].

### 3.3 ELEKTRONOVÉ ZDROJE

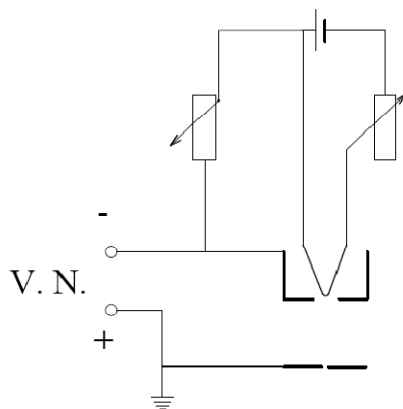
Zdroj elektronů má v elektronovém mikroskopu zásadní funkci. Je třeba se zmínit o emisi elektronů, již se zabývá fyzika pevných látek (Dekker [14], Kittel [15]). Získá-li elektron v kovu dostatečnou energii, může nastat jeho uvolnění z kovu do prostoru. Existuje několik způsobů, kterými je možné emise elektronů z kovu dosáhnout, například termoemisi, fotoemisi nebo působením elektrického pole. O elektronových zdrojích pojednává například Reimer [16] nebo Kolařík [17]. Pro elektronové zdroje jsou používány kovy, u nichž je výstupní práce elektronů co možná nejnižší a hustota proudu co největší, jako například wolfram. Výstupní práce elektronů je ovlivněna teplotou kovu, působením vnějšího elektrického pole, nebo také uspořádáním krystalických rovin. Jako emitorektronů je nejčastěji použita žhavená wolframová vlásenka, wolframový monokrystal, nebo hexaborid lanthanu  $\text{LaB}_6$  (obr. 3.7).



Obr. 3.7: Ukázka Shottkyho katody (nahore) a detail jejího hrotu,  $\text{LaB}_6$  krystalu (vlevo dole) a wolframového vlákna (vpravo dole).

### 3.3.1 TERMOEMISNÍ ZDROJE

Termoemisní tryska patří mezi nejrozšířenější elektronové zdroje. K emisi dochází pouze následkem žhavení katody bez působení vnějšího elektrostatického pole. Termoemisní zdroj je nejčastěji složen z přímo žhavené wolframové vlásenky, Wehneltova válce a anody. Katoda a Wehneltův válec jsou připojeny k zápornému pólu zdroje vysokého napětí a anoda je uzemněna (obr. 3.8) [18]. Termoemisní katody se vyrábí nejčastěji z wolframové vlásenky ohnuté do tvaru hrotu, nebo z nepřímo žhaveného wolframového hrotu nabodovaného na vlásence (bodová katoda). Katoda  $\text{LaB}_6$ , uložená mezi dvěma uhlíkovými elektrodami, je rovněž žhavena nepřímo. Pracovní teplota pro wolfram je  $T = 2500\text{--}3000\text{ K}$  ( $\phi_w = 4,5\text{ eV}$ ,  $T_t = 3650\text{ K}$ ), pro  $\text{LaB}_6$  je  $T_t = 1400\text{--}2000\text{ K}$ , pro  $\phi_w = 2,7\text{ eV}$ . V tabulce 3.9 je uveden přehled vlastností vybraných elektronových zdrojů, včetně autoemisních.



Obr. 3.8: Schéma zapojení termoemisní trysky.

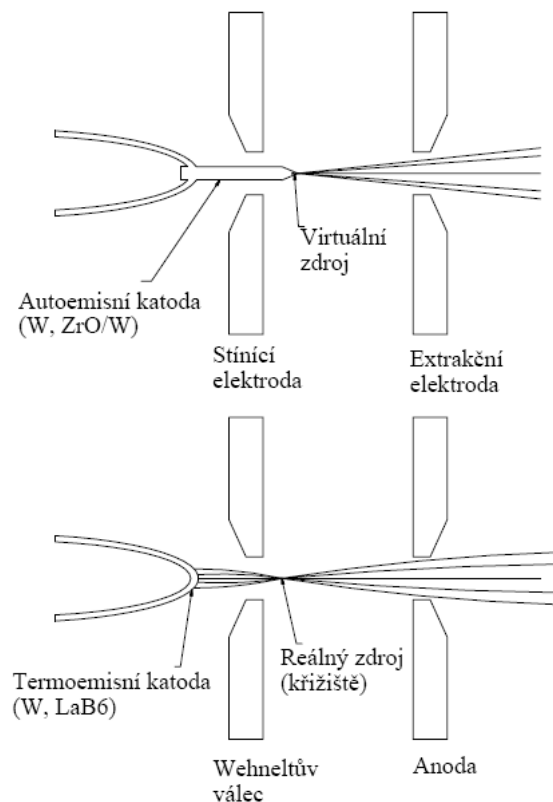
### 3.3.2 AUTOEMISNÍ ZDROJE

K emisi elektronů u autoemisních zdrojů dochází především působením elektrického pole a žhavení pouze podporuje emisi a chemickou stálost katody. Katoda je leptána do hrotu s poloměrem  $r \sim 0,1\ \mu\text{m}$ . Emise z orientované krystalické roviny hrotu katody nastane, když gradient elektrického pole  $|E| \sim U_E / r$  ( $U_E$  – extrakční napětí) dosáhne hodnoty větší než  $10^7\text{ V/cm}$ . Autoemisní trysky vyžadují značně vysoké vakuum (UHV – Ultra-High Vacuum), vyšší než  $10^{-6}\text{ Pa}$ , jinak by mohl být hrot zničen bombardováním ionty ze zbytkových plynů. Autoemisní tryska je složena z katody a dvou elektrod (obr. 3.9). První elektroda je stínící (supressor), neboť pouze usměrňuje elektrické pole na hrotu katody, a tím ovlivňuje emisi elektronů. Druhá elektroda (extraktor) urychluje elektrony na danou energii

$E = eU$ . Autoemisní katody mohou pracovat za pokojové teploty. Aby se zabránilo adsorbci plynů, dosahuje pracovní teplota na hrotu  $T = 1000\text{--}1500\text{ K}$ . Výsledkem nízké teploty žhavení je nízký energiový rozptyl  $\Delta E = 0.2\text{--}0.3\text{ eV}$  pro studenou katodu a  $0,3\text{--}0,5\text{ eV}$  pro žhavenou autoemisní katodu [19]. Výhodou autoemisních zdrojů je jejich vysoká hustota proudu v elektronovém svazku, malý rozměr virtuálního zdroje ( $3\text{--}5\text{ nm}$ ) a dlouhá životnost.

### 3.3.3 TERMOAUTOEMISNÍ ZDROJE

Termoautoemisní zdroje pracují s aktivovanými žhavenými katodami, kdy se projevuje termoemise. Princip uspořádání katody a elektrod trysky je stejný jako u autoemisní trysky (obr. 3.9). Aktivace katody spočívá v pokrytí jejího povrchu vrstvou jiného prvku, nejčastěji  $\text{ZrO}_2$ , a v důsledku vazby mezi těmito prvky dochází ke snížení výstupní práce. Mezi termoautoemisní zdroje patří Shottkyho katoda, o které je více pojednáno v následující kapitole.



Obr. 3.9: Uspořádání autoemisní (nahore) a termoemisní trysky se znázorněním trajektorie elektronového svazku.

Zdroj	Velikost virtuálního zdroje	Hustota proudu při 100kV [ $\text{Acm}^{-2} \text{sr}^{-1}$ ]	Bod tání [ $^{\circ}\text{C}$ ]	Vyžadované vakuuum [T]	Emisní proud [ $\mu\text{A}$ ]
Termo-autoemise, ZrO/W	100 nm	$10^7 - 10^8$	3370	$10^{-8} - 10^{-9}$	50-100
Autoemise za pokojové teploty	2 nm	$2 \times 10^9$	3370	$10^{-10}$	10
Termoemise, vlásenka z W	30 $\mu\text{m}$	$5 \times 10^5$	3370	$10^{-5}$	100
LaB <sub>6</sub>	5-10 $\mu\text{m}$	$7 \times 10^6$	2200	$10^{-6}$	50

Tabulka 3.1: Vlastnosti elektronových zdrojů [20].

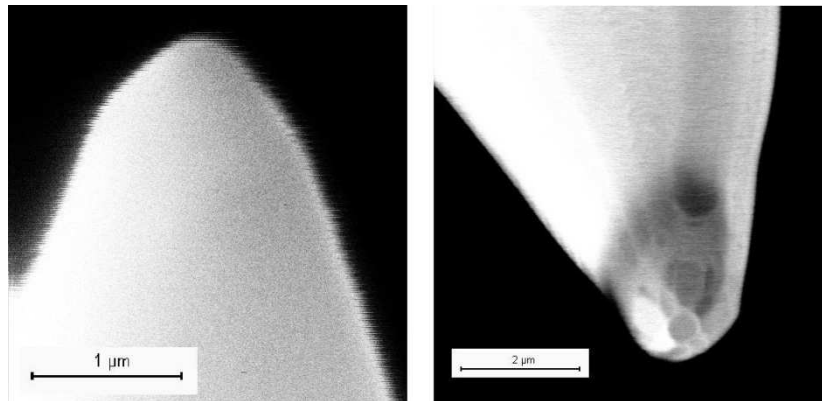
### 3.3.4 SHOTTKYHO KATODA

Vzhledem k tomu, že práce se zaměřuje především na vývoj přístroje pro pozorování Shottkyho katod během procesu výroby, bude tento zdroj popsán podrobněji. Shottkyho katoda se vyrábí z monokrystalického wolframového drátu o průměru  $\sim 0,1$  mm, který je nabodovaný na wolframové vlásence. Vlášenkou prochází proud, kterým je katoda rozžhavena na pracovní teplotu 1800 K. Rezervoár  $\text{ZrO}_2$ , umístěný na povrchu katody, snižuje výstupní práci elektronů z emisní plochy katody. Orientace krystalické roviny katody, ze které dochází k emisi elektronů s nejmenší výstupní prací, je  $\{100\}$ . Nelze však zamezit emisi elektronů i z jiných rovin, což je upraveno přivedením napětí na stínící elektrodu, tzv. suppressor.

Katoda se tedy vyrábí z monokrystalu wolframu, který je nejprve nařezán na potřebnou délku a po nabodování na wolframovou vlásenku je konec monokrystalu, kde bude docházet k emisi elektronů, leptán do hrotu. Poté se hrot katody formuje ve vakuu za působení elektrického pole a teploty do té doby, až elektrony emitované z katody vytvoří souvislou kruhovou stopu. Při výrobě Shottkyho katod se sledují některé parametry, které jsou uvedeny v průvodním protokolu dané katody (obr. 3.10). Podrobněji je také o emisi elektronů a katodách pojednáno například v pracích Reimera [16] a Swansona [21]. Na základě porovnání těchto parametrů s tvarem katody a rozložením intenzity elektronové stopy na stínítku během procesu výroby je možné předvídat vlastnosti katody, a předem tak určit vhodné použití.

Na obrázku 3.10 vlevo je zobrazen hrot katody pozorovaný v současně používaném SEM, sestrojeným pouze pro účely společnosti Delong Instruments a. s., u kterého lze získat

rozlišení přibližně 50 nm. Na katodě nejsou pozorovatelné nečistoty nebo detaily emisní roviny hrotu. Je možné určit pouze kuželovitost hrotu a poloměr jeho zaoblení. Obrázek 3.10 vpravo zobrazuje hrot katody při vyšším rozlišení (přibližně 5 nm), kde jsou již viditelné detaily hrotu, což je značným přínosem při pozorování emisní plochy a pro určení dalších vlastností katody.



Obr. 3.10: Hroty Shottkyho katody pozorované s přibližnou hodnotou rozlišení 50 μm (vlevo) [22] a 5 nm (vpravo).

### 3.3.5 ELEKTRICKÉ POLE NA POVRCHU KATODY

Hustota proudu  $J_S$  pro Shottkyho emisi souvisí s výstupní prací  $\varphi$ , teplotou  $T$  a s elektrickým polem [21], jak je vidět ve vztahu (3.1):

$$J_S = \frac{4\pi m_e (kT)^2}{h^3} \exp\left(\frac{e^{\frac{3}{2}} F^{\frac{1}{2}}}{(4\pi\epsilon_0)^{\frac{1}{2}} kT} - \frac{\varphi}{kT}\right), \quad (3.1)$$

kde  $m_e$  je hmotnost elektronu,  $e$  je elementární náboj,  $h$  je Planckova konstanta,  $T$  je teplota katody v [K],  $\varphi$  je výstupní práce v [eV] a  $k$  je Boltzmanova konstanta. Pro velmi malá elektrická pole může být rovnice (3.1) zredukována do Richardsonovy–Dushmanovy rovnice (3.2):

$$J_T = AT^2 e^{-\frac{\phi}{kT}} (A \cdot m^{-2}), \quad (3.2)$$

kde  $A$  je materiálová konstanta katody.

Velikost přivedeného napětí na extraktor má vliv na průběh potenciálu v okolí katody a na jejím povrchu, což má vliv na emisi elektronů z katody. Experimentálně získaná hodnota extrakčního napětí  $U_E$  a úhlová hustota proudu  $I'$  souvisí s rovnicí 3.1 skrze níže popsané vztahy. Elektrické pole  $F$  na povrchu katody je popsáno vztahem (3.3):

$$F = \beta U_E, \quad (3.3)$$

kde  $\beta$  je koeficient úměrnosti a  $U_E$  je napětí na extraktoru. Úhlová hustota proudu je dána vztahem (3.4):

$$I' = J_S \left(\frac{r}{m}\right)^2, \quad (3.4)$$

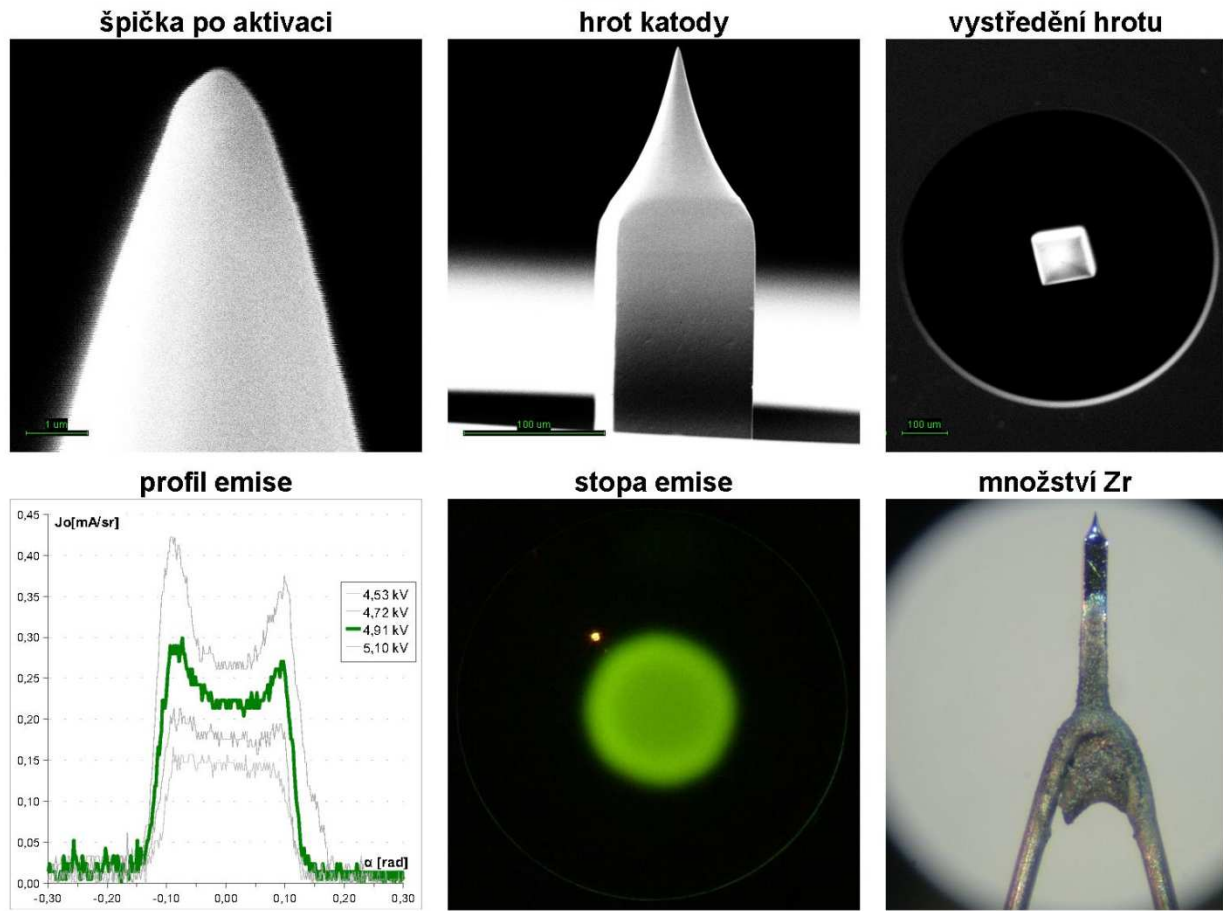
kde  $r$  je poloměr hrotu katody a  $m$  je úhlové zvětšení mezi plochou katody a pozicí virtuálního zdroje. Koeficient úměrnosti  $\beta$  se získá z experimentálně naměřených hodnot a úpravou vztahů dostaneme rovnici (3.5) pro výpočet koeficientu úměrnosti:

$$\beta = \left( \frac{L_{SA}^{-(1-x)}(L_{TA} - 0.0068)}{0.366 L_{SA} r^{0.758}} \right) (cm^{-1}), \quad (3.5)$$

kde  $L_{SA}$  značí vzdálenost mezi suppressorem,  $L_{TA}$  vzdálenost hrotu katody od extraktoru a  $r$  je poloměr katody. Všechny hodnoty jsou dosazeny v [cm],  $x = V_S/V_E$  a poměr poloměru fazety k poloměru hrotu je 0.6. Výpočet je popsán v [21], kde je odvozen z experimentálních hodnot jako empirický vztah, jehož výsledek je založený na numerické simulační metodě SCWIM (Spherical Coordinates With Increasing Mesh). Vztah 3.5 je platný za podmínek:  $0,3 \leq r \leq 3,0 \mu m$ ,  $500 \leq L_{SA} \leq 2250 \mu m$ ,  $-300 \geq U_S \geq -2000 V$ ,  $3000 \leq U_E \leq 20000 V$ .

# Zr 513 výstupní protokol

Méně Zr.



$U_{EXT}$ [kV]	4,53	4,72	4,91	5,10
$I_{TOT}$ [ $\mu$ A]	172	183	197	212
$I_{SCR}$ [ $\mu$ A]	5,9	7,3	9,6	12,6
$J_0$ [mA/sr]	0,14	0,17	0,22	0,27
$J_{MAX}$ [mA/sr]	0,14	0,20	0,28	0,40

PARAMETRY	CZ	EN	Hodnota
ELEKTRICKÉ ELECTRICAL	Žhavicí proud	Filament current	$I_F = 1,57$ A
	Extrakční napětí	Extraction voltage	$U_{EXT} = 4,91$ kV
	Předpětí na suppressoru	Suppressor bias	$U_{SUP} = 401$ V
OPTICKÉ OPTICAL	Celkový emisní proud	Total emission current	$I_{TOT} = 197$ $\mu$ A
	Proud na stínítku	Screen current	$I_{SCR} = 9,4$ $\mu$ A
	Proudová hustota na ose	Axial angular intenzity	$J_0 = 0,21$ mA/sr
	Velikost emisního obrazce	Emission pattern size	$D = 13$ mm
MECHANICKÉ MECHANICAL	Poloměr hrotu	Tip radius	$R_{TIP} = 0,56$ $\mu$ m
	Průměr fasety	Facet diameter	$F_{TIP} = 0,08$ $\mu$ m
	Vzdálenost hrot-suppressor	Tip-Suppressor distance	$D_{TIP-SUP} = 0,26$ mm
	Vzdálenost suppressor-extraktor	Suppressor-Extractor distance	$D_{SUP-EXT} = 0,75$ mm
	Vzdálenost hrot-stínítko	Tip-Screen distance	$D_{TIP-SCR} = 51$ mm
	Průměr díry v suppressoru	Suppressor hole diameter	$\phi_{SUP} = 0,6$ mm
	Průměr díry v extraktoru	Extractor hole diameter	$\phi_{EXT} = 0,6$ mm
VAKUOVÉ VACUUM	Tlak při rozkladu ZrH	ZrH dissociation pressure	$P_{ZrH} = 0,45/5,2$ mA
	Tlak v projekční komoře	Projection chamber pressure	$P = 4,8 \cdot 10^{-7}$ Pa

Obr. 3.11: Výstupní protokol Shottkyho katody [22].

## 4 TEORETICKÉ ROZLIŠENÍ ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU A DETEKCE SIGNÁLU

### 4.1 ROZLIŠENÍ ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

Základní charakteristikou každého mikroskopu je jeho rozlišovací schopnost, to znamená schopnost rozlišit dva body vzájemně vzdálené o danou vzdálenost. Lidské oko je schopno rozlišit dva body vzájemně vzdálené 0,1 mm na vzdálenost 25 cm. Optické přístroje umožňují rozlišit body, jejichž vzdálenost vůči sobě je mnohem menší. Rozlišení mikroskopu je však omezeno ohybem světla. Každý bod předmětu bude vlivem ohybu světla zobrazen jako rozptylový kroužek. Jestliže první ohybové maximum vzájemně se překrývajících kroužků splyne s prvním minimem druhého kroužku, obrazy obou bodů budou rozlišitelné. Dojde-li k většímu překrytí ohybových kroužků, body rozlišitelné nebudou [23]. Podle zákonů ohybu světla, které odvodil Abbe, je nejmenší rozlišitelná vzdálenost dvou bodů dána vztahem:

$$d = \frac{0,61 \lambda}{n \sin \alpha} , \quad (4.1)$$

kde  $\lambda$  je vlnová délka,  $n$  je index lomu a  $\alpha$  je aperturní úhel.

Rozlišení mikroskopu je omezeno optickými vadami objektivu, které vznikají při průchodu elektronového svazku magnetickým polem čočky. Rozlišení rastrovacího mikroskopu je dáno velikostí stopy elektronového svazku  $d_p$ , která je dána vztahem:

$$d_p = \sqrt{d_s^2 + d_c^2 + d_d^2} , \quad (4.2)$$

kde jednotlivé členy popisují optické vady.

Průměr sférické vady  $d_s$  (4.3) je závislý na aperturním úhlu, což lze ovlivnit velikostí clony,

$$d_s = \frac{1}{2} C_s \alpha^3 . \quad (4.3)$$

Zmenšováním aperturního úhlu  $\alpha$  dosáhneme značného zmenšení sférické vady, což je dáno třetí mocninou aperturního úhlu. Současně s touto změnou však dochází ke zvětšení difrakční vady  $d_A$ , která je dána vztahem

$$d_A = 1,22 \frac{\lambda}{\alpha} . \quad (4.4)$$

Chromatická vada  $d_c$  je popsána vztahem

$$d_c = C_c \alpha \frac{\Delta E}{E} , \quad (4.5)$$

kde  $C_c$  je konstanta chromatické vady,  $E$  je energie elektronového svazku a  $\Delta E$  je interval změny energie. Odmocníme-li součet druhých mocnin popsaných vad, dostaneme velikost stopy elektronového svazku, která nám udává rozlišovací schopnost mikroskopu.

#### 4.2 VELIKOST STOPY V ZÁVISLOSTI NA ROZLOŽENÍ HUSTOTY PROUDU

Velikost stopy elektronového svazku je dána šířkou proudové hustoty stopy, což je nejčastěji vyjadřováno šířkou v polovině maxima, tzv. FWHM (Full Width at a Half Maximum). Tento popis nemusí být v některých případech zcela přesný, proto je vhodnější reprezentace velikosti svazku  $d_{pFC}$  jako funkce proudu. O této problematice pojednává více Barth [24]. K měření velikosti stopy elektronového svazku jsou započítávány jednotlivé příspěvky vad, popsané v předchozí kapitole, které závisí na  $\beta$  (směrové proudové hustotě), napětí  $U$ ,  $\Delta U$ , na aberačních koeficientech objektivu  $C_c$  a  $C_s$ , na celkovém proudu  $I$  a aperturním úhlu  $\alpha$ . Velikost elektronové stopy zahrnující vzájemnou závislost vyjadřuje vztah:

$$d_p^2 = \frac{4 I}{\beta \pi^2 \alpha^2} + \left( \frac{0,61 \lambda}{\alpha} \right)^2 + (0,5 C_s \alpha^3)^2 + \left( C_c \alpha \frac{\Delta V}{V_r} \right)^2 . \quad (4.6)$$

Příspěvek proudu na velikosti stopy je definován jako  $FC$  (Current Fraction) integrálem rozložení hustoty proudu  $J_N(r)$ ,

$$FC = \frac{2\pi}{I_N} \int_0^{d_{NFC}} J_N(r) dr , \quad (4.7)$$

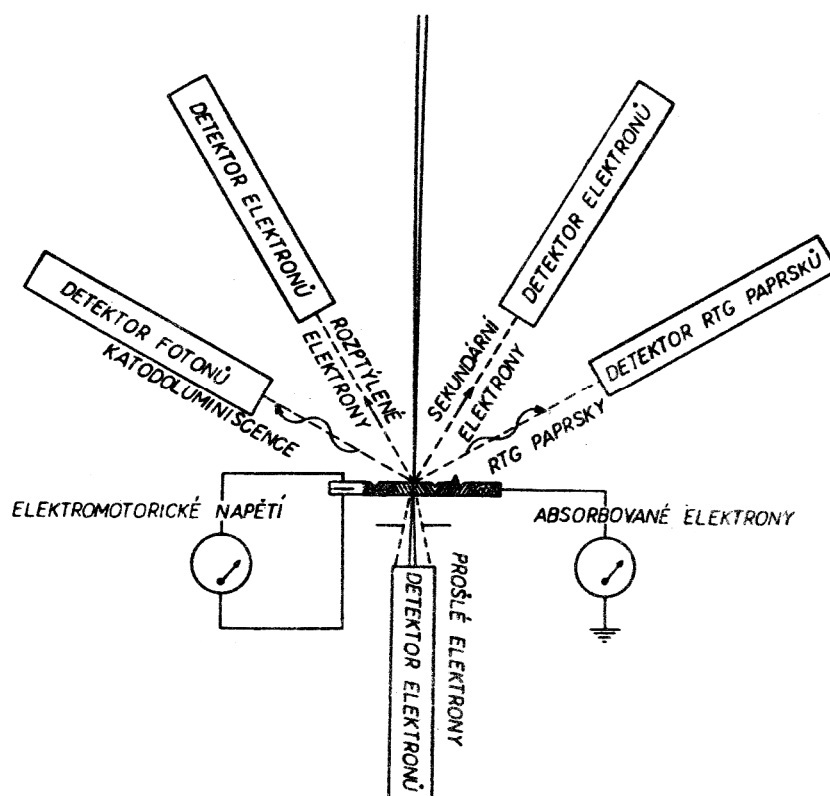
kde  $I_N$  je celkový proud ve svazku a  $d_{NFC}$  je průměr svazku v zaostřené rovině.

### 4.3 DETEKCE A ZPRACOVÁNÍ SIGNÁLU

Dopadem primárního elektronového svazku (PE) na povrch pevné látky dochází k interakci mezi atomy této látky a dopadajícími elektrony. K interakcím dochází uvnitř interakční oblasti, jejíž tvar a velikost závisí na atomovém čísle pevné látky, energii a úhlu dopadu primárního elektronového svazku. Vztah Kanaya–Okayamy udává hloubku interakční oblasti  $R$  [19],

$$R = \frac{0,0276 A E^{1,67}}{S Z^{0,0889}} (\mu m) , \quad (4.11)$$

kde  $E$  je energie [keV],  $A$  je atomová hmotnost [g/mol],  $S$  je hustota [g/cm<sup>3</sup>] a  $Z$  je atomové číslo dané látky. Interakce se dělí na dvě skupiny, na pružné a nepružné. Pružná interakce zachovává energii elektronů, ale mění jejich směr. Dochází také ke vzájemnému působení mezi PE a těžkými atomovými jádry. Výsledkem pružných interakcí může být i vznik zpětně odražených elektronů (BSE – Back Scattered Electron). Při nepružné interakci se mění směr elektronů a jejich energie. Působením mezi PE a elektrony pevné látky dochází k vyzáření elektronů, což vede ke vzniku sekundárních elektronů (SE), Augerových elektronů (AE), charakteristického rtg záření a elektromagnetického záření dlouhých vlnových délek v oblasti viditelné, ultrafialové a infračervené. Klesne-li energie PE na úroveň Fermiho hladiny dané pevné látky, mohou být odváděny z preparátu jako absorbované elektrony (AE – Absorbed Electron). Pokud je preparát tenčí než hloubka  $R$  interakční oblasti PE, prochází primární elektrony celou tloušťkou preparátu a vznikají prošlé elektrony (TE – Transmitted Electron). Ze všech těchto částic, vzniklých po dopadu PE na pevnou látku, můžeme získat informace o pozorovaném preparátu, jak je zobrazeno na obr. 4.12.



Obr. 4.12: Využití signálů, vzniklých při interakci PE s pevnou látkou [25].

V případě přístroje řešeného v této práci budou k získání informací o preparátu detekovány SE a BSE detektory. Sekundárními elektrony jsou označovány všechny emitované elektrony z povrchu látky, které mají energii menší než 50 eV (hodnota stanovena úmluvou). Koeficient  $\delta$  sekundární emise je definován jako poměr počtu SE k PE:

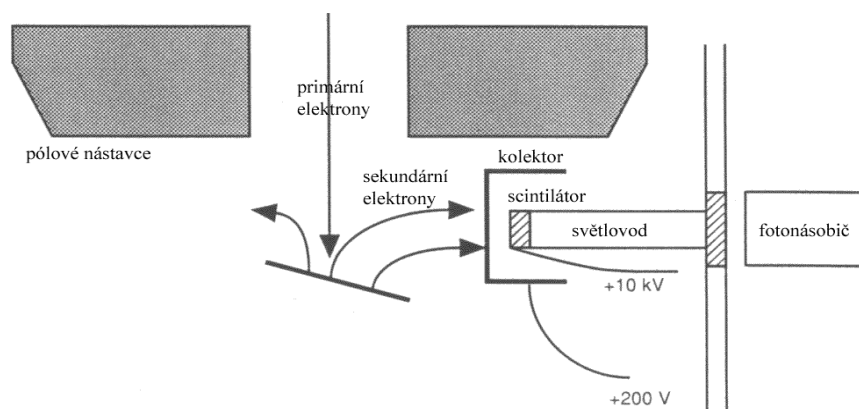
$$\delta = \left(\frac{SE}{PE}\right). \quad (4.12)$$

Na tento poměr má vliv atomové číslo látky, energie PE i úhel dopadu elektronů. Experimentálně byla zjištěna závislost:

$$\delta(\alpha) = \frac{\delta(0)}{\cos \alpha}, \quad (4.13)$$

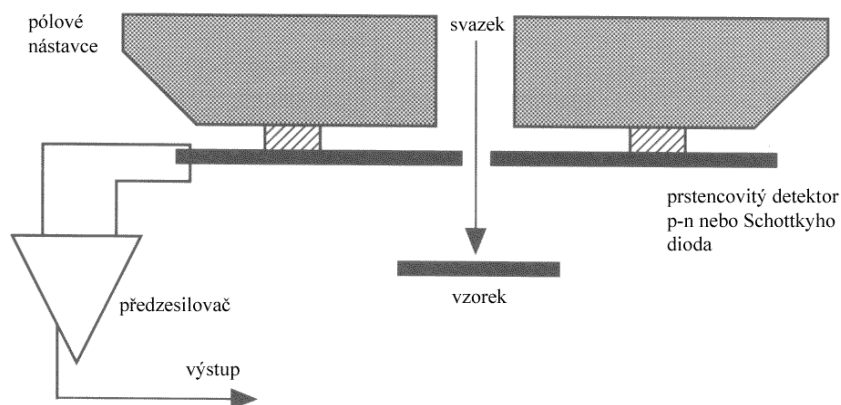
kde  $\alpha$  je úhel mezi normálou povrchu a směrem dopadu PE. Největší zisk sekundárních elektronů se projevuje mezi 3-5 eV.

K detekci sekundárních elektronů se převážně používá detektor typu Everhart–Thornley (obr. 4.13), vybavený scintilátorem, světlovodem a fotonásobičem. Napětí na scintilátoru je v rozmezí 6-10 kV. Tímto napětím dochází k odsávání nízkoenergetických elektronů a k jejich zrychlení na tuto hodnotu, což je dostatečná energie, aby byly po dopadu elektronů na YAG vybudeny fotony o vlnové délce 560 nm, které prochází světlovodem do fotonásobiče. Signál je dále zpracován na PC a zobrazen na monitoru.



Obr. 4.13: Detektor sekundárních elektronů [26].

K detekci zpětně odražených elektronů se používá několik druhů detektorů, obvykle polovodičových. Jedním z detektorů může být výše popsaný detektor, uspořádaný podle Everharta–Thornleye (obr. 4.14). Nejvhodnější umístění BSE detektorů je na spodní straně pólových nástavců magnetické čočky. Dále se používají polovodičové detektory, využívající p-n přechodu, nebo Schottkyho diody.



Obr. 4. 14: Detektor zpětně odražených elektronů [26.]

## **5 CÍL DISERTAČNÍ PRÁCE**

Cílem disertační práce je navržení magnetického obvodu objektivu a výpočet optického systému elektronového mikroskopu, technické řešení a vyhotovení trojrozměrného modelu s technickou dokumentací.

Dílní etapy disertační práce budou obsahovat:

- návrh magnetického obvodu SEM podložený výpočtem;
- simulaci průchodu elektronového svazku optickou soustavou;
- vypracování modelu a technické dokumentace pro výrobu.

## 6 KONCEPCE ŘEŠENÉHO RASTROVACÍHO ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

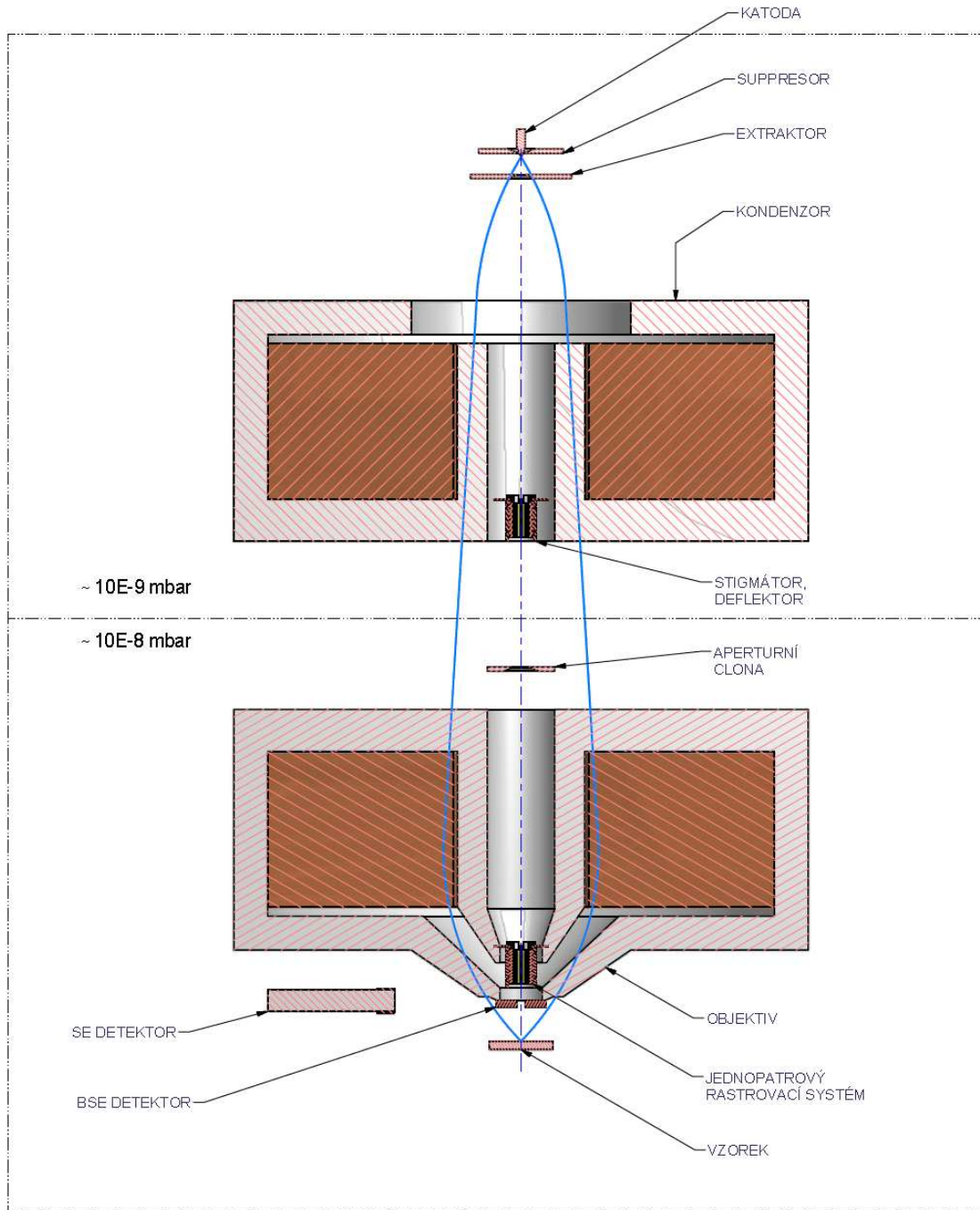
### 6.1 OPTICKÉ USPOŘÁDÁNÍ ELEKTRONOVÉHO MIKROSKOPU

Optické uspořádání je nezbytným základem pro výchozí výpočty a optimalizaci řešení optického systému. Volba elektronového zdroje je jedním z parametrů, který má značný vliv na to, v jakých hodnotách se bude pohybovat rozlišení mikroskopu. Velikost virtuálního zdroje Shottkyho katody, která bude použita v tomto systému, je přibližně 20 nm. Má-li být požadované rozlišení lepší než 10 nm, optimální zmenšení objektivu by mělo být větší než dvojnásobné. Tím jsou předběžně dány rozměry uspořádání zdroje a objektivu.

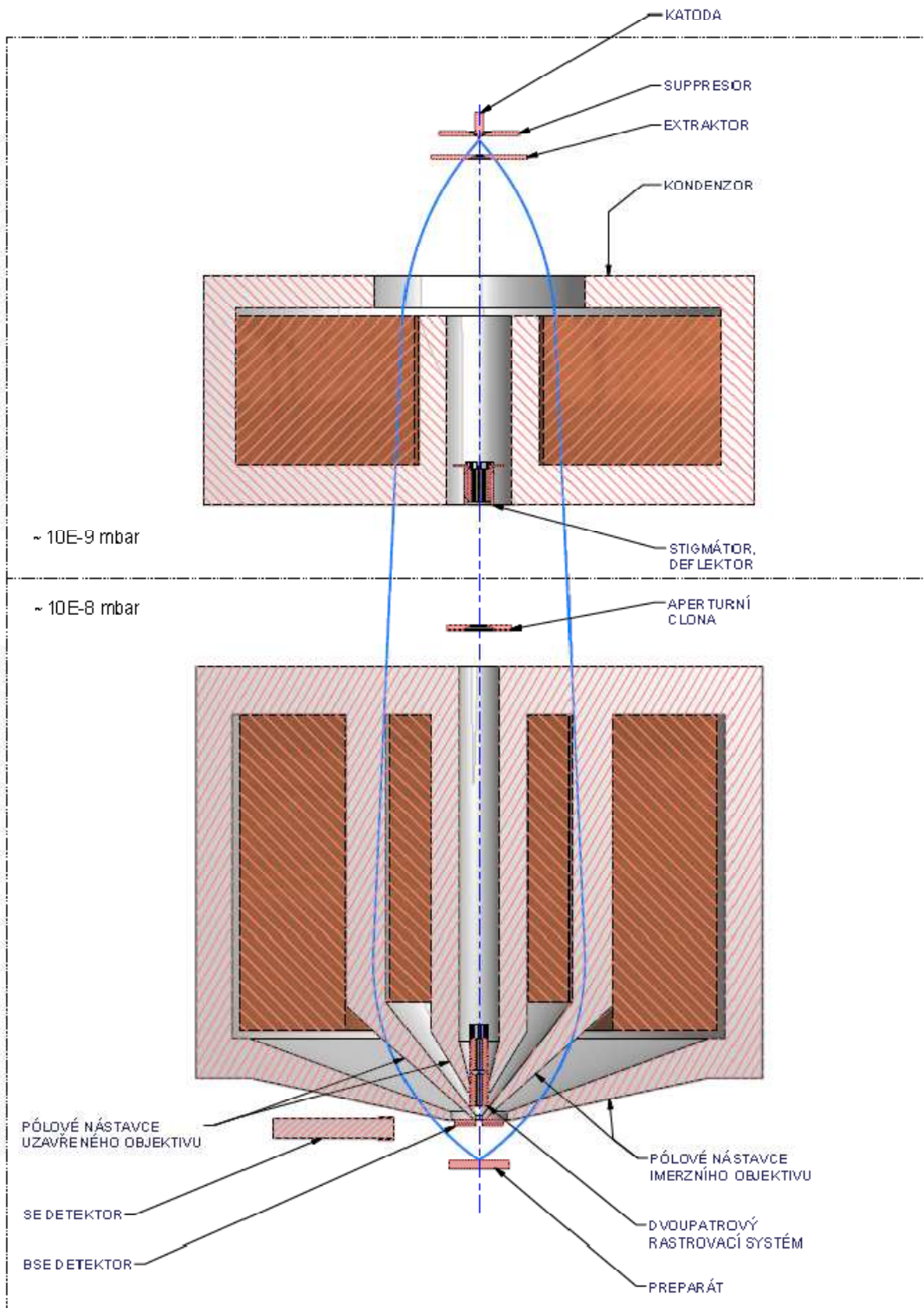
Koncepce optického návrhu SEM byla navržena jako jednoduchý optický přístroj sloužící především pro pozorování Shottkyho katod v průběhu výroby. Základními prvky sestavy mikroskopu je elektronová tryska, aperturní clona, objektiv s rastrovací soustavou a komora s manipulátorem vzorku. V průběhu technického řešení byl mikroskop přizpůsoben novým potřebám a požadavkům, které vedly k zásadní změně koncepce celé sestavy mikroskopu. Změna se projevila především v návrhu objektivu a manipulátoru vzorku. Cílem pozměněné koncepce bylo dosáhnout vyššího rozlišení objektivu a aplikovat netradiční technické řešení v oblasti mikromanipulátorů. Vyšší požadované rozlišení bylo voleno z důvodů budoucích potřeb pozorovat také katody studené emise, jejichž poloměr hrotu je mnohem menší než u termoautoemisních katod. Vyššího rozlišení lze dosáhnout imerzním objektivem, v tomto případě se jeho rozlišovací schopnost blíží až ke 2 nm. Práce obsahuje popis obou řešených modifikací objektivů, jejichž porovnání je zajímavé z hlediska změny velikosti uzavřeného objektivu při zachování podobných vlastností. Optická schémata jsou zobrazena na obr. 6.15 a 6.16, na kterých je znázorněn průchod elektronového svazku optickou soustavou. Hlavní pozornost však bude věnována mikroskopu s vyšším rozlišením.

Jako zdroj elektronů bude sloužit autoemisní nízkovoltová elektronová tryska, která je zdrojem elektronového svazku o energii  $U_0 = 5$  kV, s využitím bodového zdroje Shottkyho katody. Elektronový svazek pak prochází elektrostatickou rastrovací soustavou a objektivem je fokusován na vzorek. Fokusace svazku do pracovní roviny bude řízena magnetickým objektivem. V případě první modifikace (obr. 6.15) byl navržen jednoduchý objektiv a v případě druhé modifikace (obr. 6.16) imerzní objektiv kombinovaný s uzavřeným objektivem. Při použití uzavřeného objektivu je rastrování svazku prováděno jednopatrovým elektrostatickým systémem. Při práci s imerzním objektivem bude rastrování řízeno dvoupatrovým elektrostatickým systémem.

Obraz bude získáván zpracováním signálu detekovaných sekundárních (SE) a zpětně odražených elektronů (BSE). V komoře bude umístěn manipulátor vzorku s možností uložení minimálně 4 ks pozorovaných katod. Manipulátor se vzorky bude ovládán za pomoci piezoelektrických pohonů.



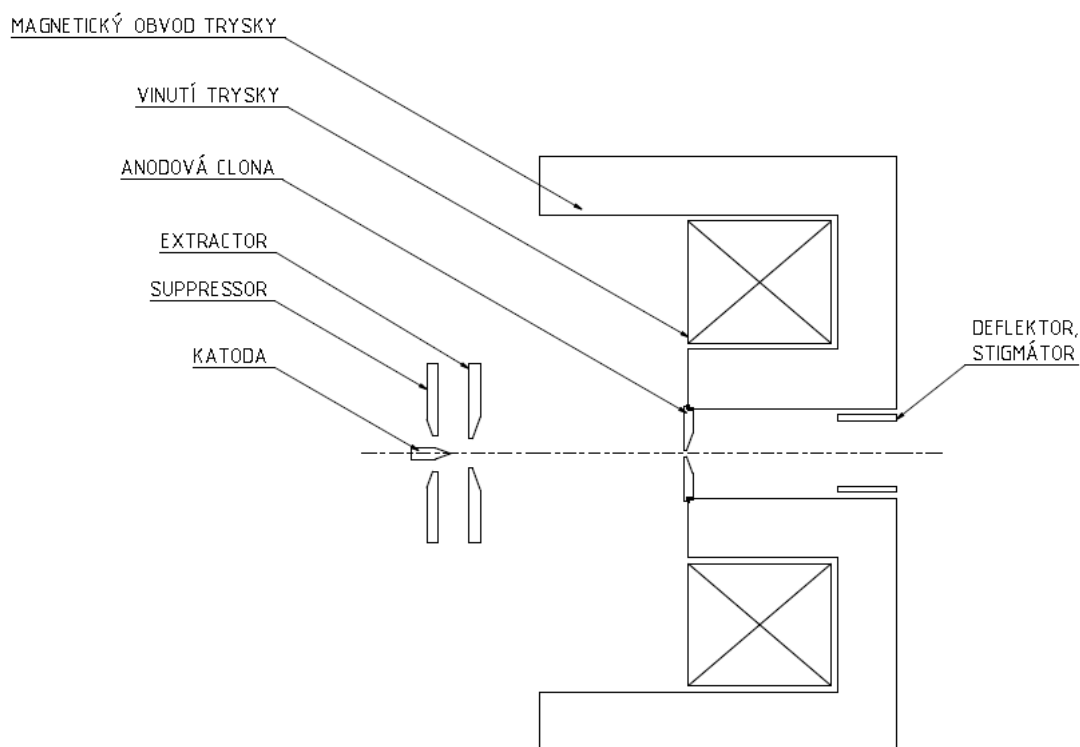
Obr. 6.15: Schéma mikroskopu s uzavřeným objektivem s naznačenou trajektorií elektronů ve zvětšeném měřítku.



Obr. 6.16: Schéma mikroskopu s imerzním objektivem s naznačenou trajektorií elektronů ve zvětšeném měřítku.

## 6.2 ELEKTRONOVÁ TRYSKA

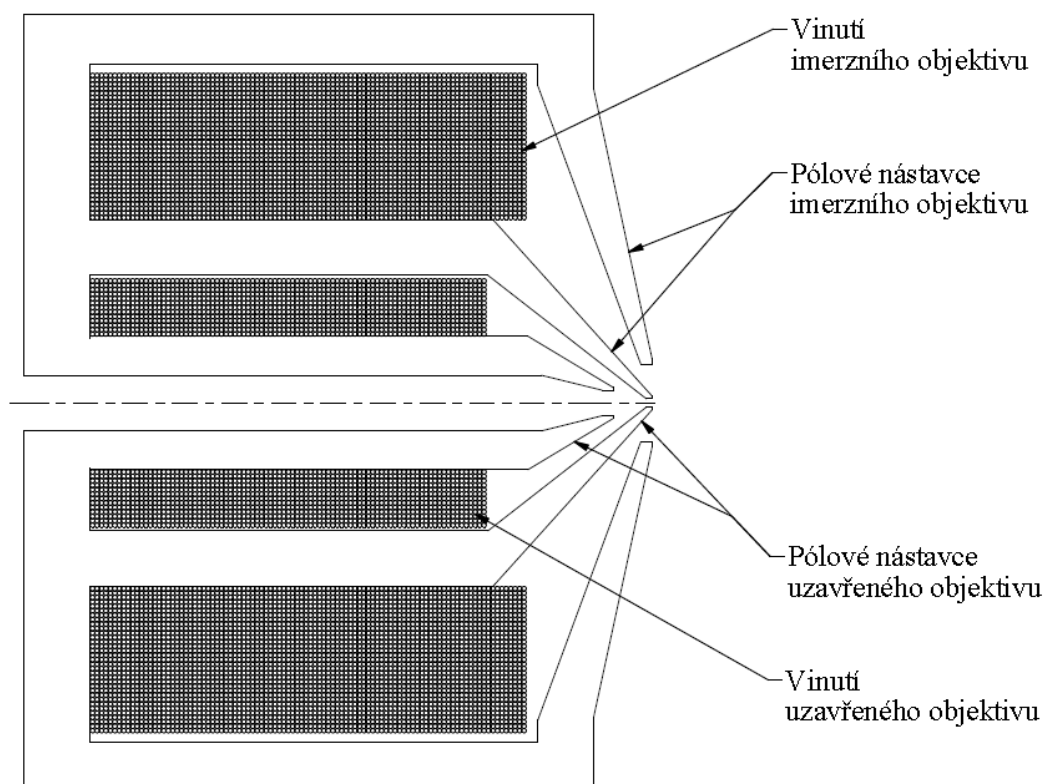
Zdrojem elektronového svazku bude standardní autoemisní nízkovoltová elektronová tryska společnosti Delong Instruments a. s., která bude pracovat s urychlujícím napětím  $U_0 = 5$  kV. Bodovým zdrojem je zde Shottkyho katoda. Elektronový svazek pak prochází anodovou clonou. Divergence svazku, tedy aperturní úhel, je formován kondenzorem, který zde představuje magnetická čočka. Změnou velikosti magnetomotorické síly, tedy velikosti proudu protékaného cívkou, je možné měnit divergenci elektronového svazku. Centrování maximální intenzity svazku do optické osy je prováděno mechanicky změnou polohy katody. Za kondenzorem se nachází elektrostatický systém pro korekci optických vad, v tomto případě astigmatismu. Do aperturní clony tak vstupuje již korigovaný svazek. Schéma uspořádání elektronové trysky je ukázáno na obrázku 6.17.



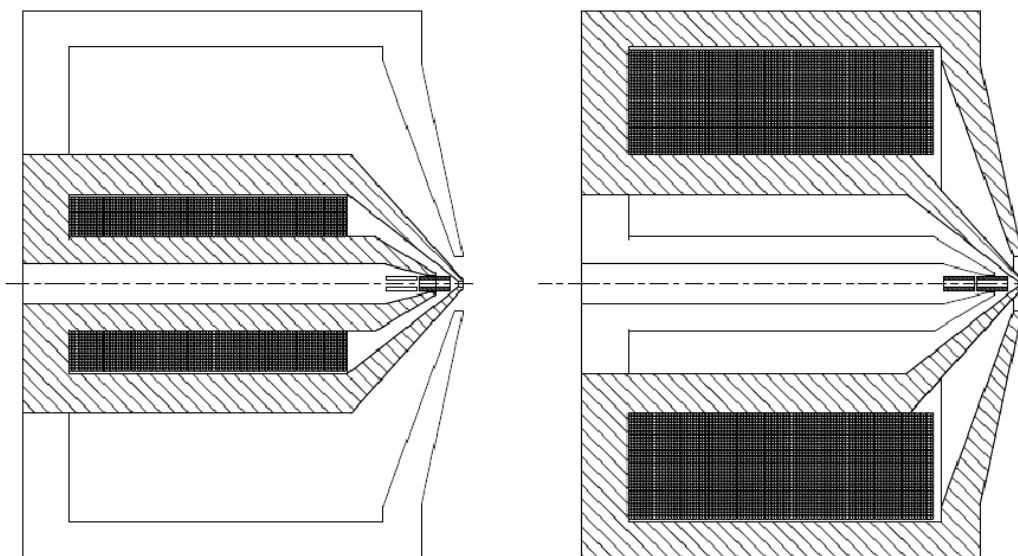
Obr. 6.17: Optické uspořádání elektronové trysky.

### 6.3 OBJEKTIV MIKROSKOPU

Z důvodu získání vyššího rozlišení je aplikován imerzní objektiv v kombinaci s uzavřeným objektivem pro přehledové zvětšení s větším zorným polem a nižším rozlišením, než jakého je dosahováno s imerzním objektivem. Na obrázku 6.18 je schematicky zobrazeno uspořádání obou objektivů.



Obr. 6.18: Schematické uspořádání kombinace uzavřeného a imerzního objektivu.



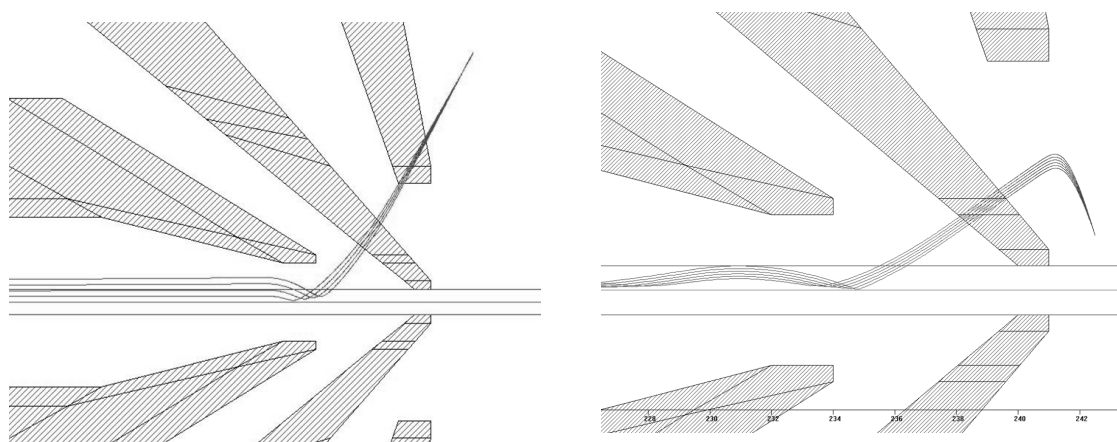
Obr. 6.19: Princip rozdělení pracovních režimů objektivu s vychylovací soustavou.

Protéká-li proud menší cívkou (obr. 6.19 vlevo), pracuje objektiv v režimu běžného uzavřeného objektivu. Tento režim bude využíván pro přehledové zvětšení s menším rozlišením obrazu. Při zapnuté cívce většího průměru (obr. 6.19 vpravo) je spuštěn imerzní objektiv, který bude využíván při menších pracovních vzdálenostech s vyšším rozlišením.

#### 6.4 RASTROVACÍ A DETEKČNÍ SOUSTAVA

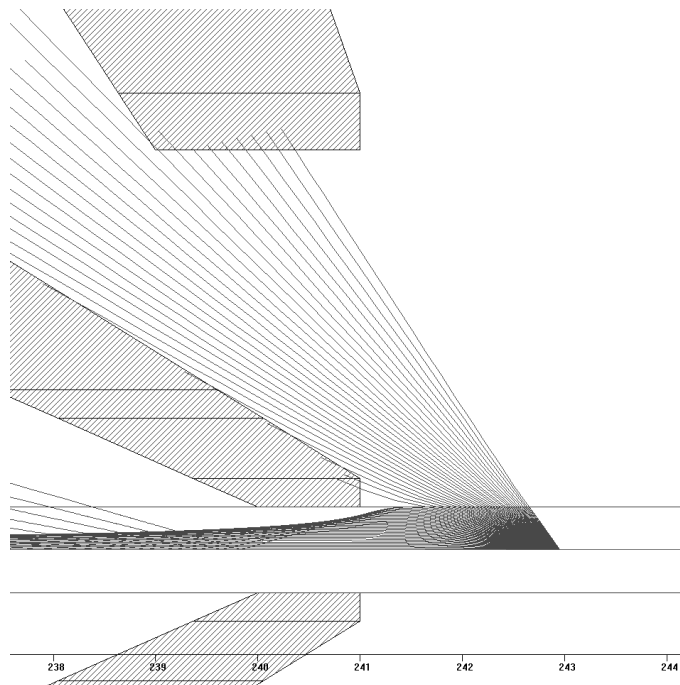
Elektrony procházející objektivem musí projít hlavní rovinou objektivu co nejbližší optické ose, což omezuje optické vady. Objektiv s uzavřeným magnetickým polem mezi pólovými nástavci ovlivní dráhu letu elektronu pouze v tomto úseku. Letící elektron se dále pohybuje po přímce ve směru, v jakém opustil magnetické pole objektivu. Pro přehledové zvětšení bude postačující rastrování jedním deflektorem, jehož střed leží v hlavní rovině objektivu na optické ose, kde dochází k vychýlení elektronového svazku. Imerzní objektiv s vystupujícím magnetickým polem v oblasti pozorování vyžaduje dva deflektory umístěné za sebou. První deflektor ve směru pohybu elektronů svazek vychýlí směrem od optické osy, druhý deflektor svazek vychýlí v opačném směru, zpět k optické ose tak, aby v hlavní rovině

procházely skrze optickou osu. Takto lze zajistit správnou dráhu elektronů i v magnetickém poli, kde se nachází vzorek. Trajektorie v obou případech rastrování ukazuje obr. 6.20. Z popsaných důvodů bude rastrovací systém rozdělen na jednopatrové a dvoupatrové rastrování. Rastrovací soustava je volena elektrostatická v podobě oktopólů. Jednopatrové rastrování bude pracovat v režimu uzavřeného objektivu a bude využito pouze jednoho ze dvou oktopólů, jehož střed leží v hlavní rovině objektivu. Dvoupatrové rastrování bude pracovat v režimu imerzního objektivu, aby nedocházelo k nežádoucímu zkreslení obrazu.



Obr. 6.20: Simulace vychylování svazku jednopatrovým (vpravo) a dvoupatrovým systémem.

Nezbytnou součástí k zobrazení vzorku je detekce elektronů. Při práci pouze s uzavřeným objektivem bude možno použít jak BSE, tak i SE detektoru. Nevýhodou imerzního objektivu je možnost využití pouze BSE detektoru, z důvodu vystupujícího magnetického pole mezi pólovými nástavci v oblasti detekce vzorku. Simulace trajektorie elektronů na obr. 6.21 ukazuje, že zpětně odražené elektrony jsou směřovány zpět do objektivu a větší část z nich tak detektor mine. V případě imerzního objektivu bude kvalita získaného signálu menší než při použití uzavřeného objektivu. Některé principy detekce a zpracování signálu jsou popsány například v Egerton [27].



Obr. 6.21: Simulace trajektorie zpětně odražených elektronů.

## 6.5 MANIPULÁTOR VZORKU

Manipulátor vzorku byl vyvíjen jak s ručním ovládáním, tak i s automatizovaným ovládáním za pomoci počítačem řízených piezoelektrických pohonů. Vzhledem k budoucímu vývoji mechanických komponentů byl pro testování v tomto mikroskopu vybrán návrh manipulátoru s piezoelektrickými posuvy. Ty jsou aplikovány pro pohyb v rovině kolmé k optické ose. Umístění vzorku v pracovní rovině bude zajištěno statickým přípravkem uchyceným na manipulátoru.

## 6.6 USPOŘÁDÁNÍ VAKUOVÉHO SYSTÉMU

Tubus mikroskopu je rozdělen oddělovacím ventilem na komoru trysky s katodou a pracovní komoru s manipulátorem vzorku. Uzavření komory trysky zabraňuje kontaminaci prostoru trysky a katody při otevření komory vzorku. Tubus mikroskopu bude čerpán turbomolekulární vývěvou s vývodem sání na dně komory s manipulátorem vzorku, komora katody bude navíc

čerpána iontovými vývěvami. Získávání a udržování vakua popisuje Dubravcová [28] nebo Groszkowski [29]. Prostor komory trysky je rozdělen anodovou clonou na předkomoru a komoru s katodou, ve kterých je možné díky cloně udržovat rozdílný tlak. Dosahovaný tlak v komoře trysky se Shottkyho katodou bude přibližně  $7 \times 10^{-10}$  Torr ( $7 \times 10^{-8}$  Pa), v prostoru mezi clonou a uzavřeným ventilem  $\sim 5 \times 10^{-8}$  Torr ( $\sim 5 \times 10^{-6}$  Pa) a komora vzorku by měla být udržována na hodnotách tlaku  $\sim 1 \times 10^{-6}$  Torr ( $\sim 1 \times 10^{-4}$  Pa). Výhodou udržování vakua v trysce bude zkrácení doby čerpání komory na pracovní tlak po výměně vzorku. Bez zavzdušnění trysky není nutné opakovaně absolvovat vypékací proces během čerpání evakuovaného prostoru.

## 6.7 ELEKTRONIKA A ŘÍDICÍ SYSTÉM

Elektronická řídicí jednotka je s přístrojem vzájemně propojená pomocí počítače s ovládacím programem. Hlavní součástí elektroniky je soustava zdrojů vysokého napětí pro vytvoření elektronového svazku o maximální energii 6 keV. Dále obsahuje zdroje konstantního proudu pro vinutí kondenzoru a obou vinutí objektivu. Při poklesu tlaku v kterékoli části komory se díky vakuové ochraně uzavře pneumatický ventil, rozdělující komoru vzorku od komory trysky. Poklesne-li tlak v komoře trysky, dojde navíc k vypnutí žhavení katody a všech vysokonapěťových zdrojů, čímž zanikne emise elektronového svazku, a zabrání se tak poškození katody. Elektronická jednotka zahrnuje ovládání stigmátoru a elektrostatickou rastrovací soustavu včetně elektroniky zajišťující synchronizaci vychýlení svazku s akvizicí jasové informace v daném bodu. Obrazová data jsou následně zpracována softwarem, který zrekonstruuje obraz a zobrazí jej na monitoru. Je zde k dispozici metoda sumačního průměrování (sumační filtrace), která spočívá v opakované akvizici každého bodu a vypočtení jeho aritmetického průměru. Šum obrazu je tím eliminován, přičemž hodnota signálu zůstane nezměněna. Tím obdržíme kvalitnější obraz, ovšem za cenu delší doby zpracování každého snímku. Ovládací software také umožňuje přepínání mezi SE a BSE detektory. V případě BSE detektoru je navíc možné volit mezi kompozitním, nebo topografickým kontrastem.

## 7 TEORETICKÉ VÝPOČTY

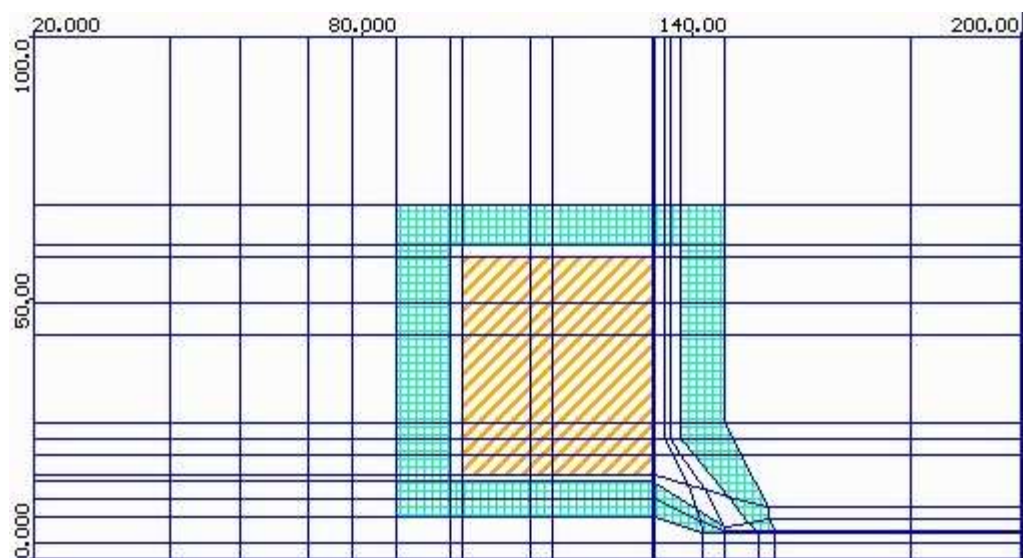
### 7.1 NÁVRH MAGNETICKÉHO OBVODU OBJEKTIVU

Návrh magnetického obvodu optimalizovaného objektivu a výpočet rozlišení je nejnáročnější částí při návrhu elektronové optiky. Objektiv má největší vliv na získané rozlišení elektronového mikroskopu, proto mu byla při vývoji věnována značná pozornost. Magnetický obvod objektivu mikroskopu je předběžně stanoven zadáním, potřebnou pracovní vzdáleností a požadovaným rozlišením. Vrtání v pólových nástavcích bylo voleno s ohledem na umístění okupólů v objektivu a vzdálenost mezi nimi byla vyvozena z výpočtů. Velikost užitečné pracovní vzdálenosti se pohybuje od 2 mm do 10 mm, tomu odpovídá daná hodnota magnetomotorické síly ve vinutí cívky, která je potřeba na zaostření elektronového svazku do dané pracovní roviny.

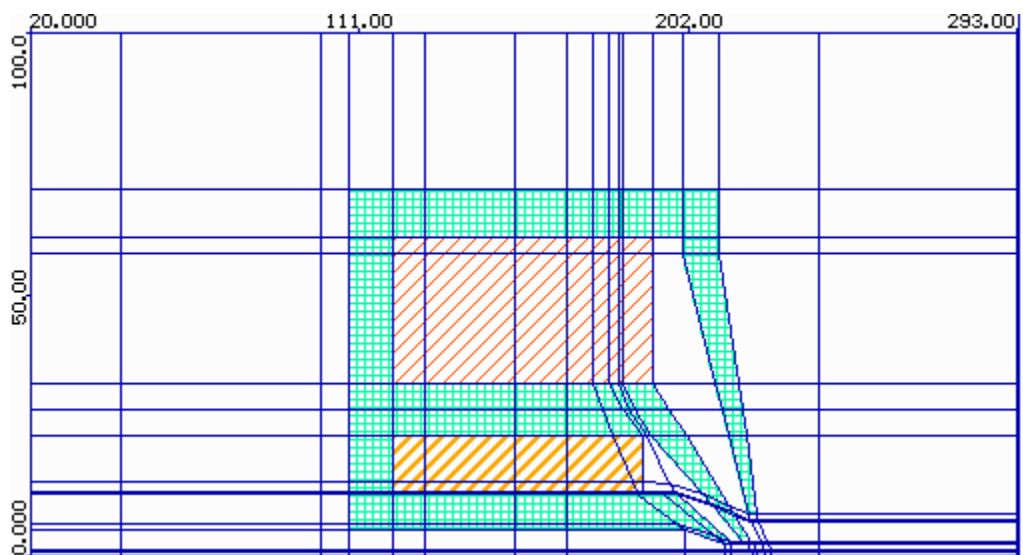
Navržení magnetického obvodu a výpočet optických vad byl proveden v programu MLD (Magnetic Lens Design) [30], založeném na principu metody konečných prvků. Data získaná v MLD byla exportována do programu ELTR (Electron Tracing) pro trasování elektronového svazku optickou soustavou. Tento program umožňuje při trasování elektronového svazku soustavou kombinovat magnetické pole s elektrostatickým. Koncepce popisuje vývoj dvou variant mikroskopu. V této kapitole budou oba navržené objektivy popsány. Magnetický obvod uzavřeného samostatného objektivu byl výchozí předlohou pro druhý návrh kombinovaného objektivu. Úpravou některých rozměrů, z nichž nejviditelnější je vnější obvod objektivu, a přidáním pólových nástavců, které tvoří s horním pólovým nástavcem imerzní objektiv, byl magnetický obvod pozměněn. Změny byly provedeny při zachování původních parametrů pro uzavřený objektiv, je proto vhodné porovnat parametry a provedené změny magnetického obvodu. Na obrázcích 7.22 a 7.23 je ukázán model magnetických obvodů objektivu navržených v programu MLD.

Záměrem kombinovaného návrhu objektivu bylo získat vyšší rozlišení díky vlastnostem imerzního objektivu a větší zorné pole pro přehledové zvětšení s nižším rozlišením uzavřeného objektivu pro stejnou pracovní vzdálenost. S imerzním objektivem sice získáme výhodu vyššího rozlišení, zároveň se však zkrátí pracovní vzdálenost, která nám omezuje velikost i pohyb vzorku pod objektivem. Z těchto důvodů je omezena velikost BSE detektoru, jehož tloušťka se nejčastěji pohybuje v rozmezí 0,6–1,5 mm. Další komplikace nastává při detekci elektronů. Jelikož z imerzního objektivu vystupuje magnetické pole, ve kterém se nachází vzorek, není možné použít SE detektor. Při práci imerzního objektivu bude signál

získáván pouze BSE detektorem, což rovněž způsobuje komplikace. Nachází-li se vzorek v magnetickém poli, elektrony jsou odraženy zpět po stejné dráze a dochází k tomu, že většina elektronů detektor mine. Signál je tak získán pouze z elektronů odražených pod většími úhly, a má proto nižší kvalitu. Z důvodů kvalitnějšího signálu bývá užíván tzv. „in-lens“ SE detektor umístěný uvnitř objektivu.



Obr. 7.22: Magnetický obvod uzavřeného samostatného objektivu.



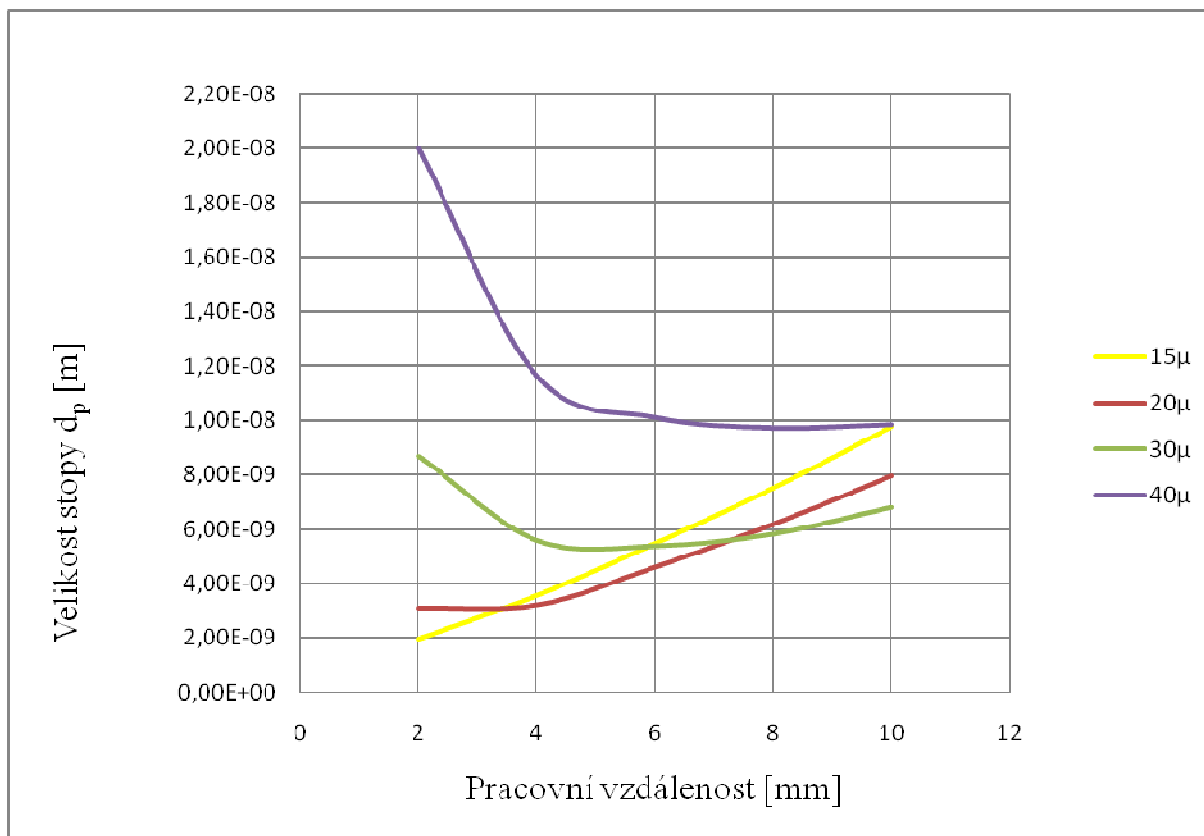
Obr. 7.23: Magnetický model kombinovaného objektivu.

### 7.1.1 IMERZNÍ OBJEKTIV

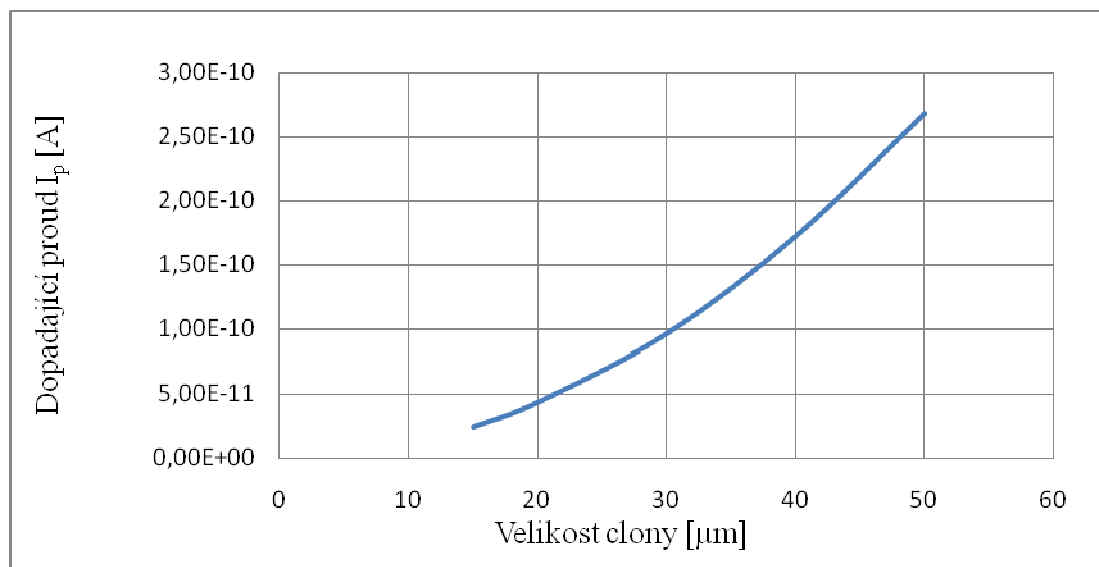
Rozlišení, kterého může mikroskop dosáhnout, je ovlivněno především optickými vadami objektivu. Vady objektivu jsou závislé na konstantách sférické a chromatické vady, které jsou přibližně dány ohniskovou vzdáleností čočky. Optické vady čoček je tak možné měnit změnou ohniskové vzdálenosti, nebo vnořením vzorku do magnetického pole objektivu; takové objektivy jsou nazývány imerzními. U běžného objektivu je index lomu před objektivem a za objektivem stejný. Imerzní objektiv se liší právě tím, že indexy lomů před objektivem a za ním jsou různé. Vyšší index lomu na předměťové straně objektivu je způsoben magnetickým polem vystupujícím z pólových nástavců. Ekvivalentem ve světelné optice je použití imerzní kapaliny mezi sklíčkem preparátu a čočkou objektivu. Vzorek je umístěn v magnetickém poli imerzního objektivu a je pozorován v krátké pracovní vzdálenosti, čímž je dosaženo vyššího rozlišení mikroskopu. V případě elektronového mikroskopu s navrženým imerzním objektivem je podle teoretických výpočtů nejvyšší dosažené rozlišení  $d_p = 1,96 \text{ nm}$  pro  $15 \text{ }\mu\text{m}$  clonu a pracovní vzdálenost  $2 \text{ mm}$ . Přehled hodnot rozlišení v závislosti na pracovní vzdálenosti a při různých velikostech použitých clon je zaznamenán v tabulce 7.2 a grafické znázornění těchto hodnot ukazuje obrázek 7.24. Velikost clony ovlivňuje hodnotu dopadajícího proudu na vzorek (obr. 7.25).

Pracovní vzdálenost	2 [mm]	4 [mm]	6 [mm]	8 [mm]	10 [mm]
Průměr clony					
15 $\mu\text{m}$	1,96E-09	3,56E-09	5,48E-09	7,52E-09	9,77E-09
20 $\mu\text{m}$	3,10E-09	3,22E-09	4,61E-09	6,18E-09	7,96E-09
30 $\mu\text{m}$	8,68E-09	5,59E-09	5,38E-09	5,83E-09	6,81E-09
40 $\mu\text{m}$	2,00E-08	1,16E-08	1,01E-08	9,73E-09	9,85E-09
50 $\mu\text{m}$	3,85E-08	2,17E-08	1,83E-08	1,70E-08	1,66E-08

Tab. 7.2: Rozlišení mikroskopu  $d_p$  [m] podle velikosti clony a pracovní vzdálenosti.



Obr. 7.24: Rozlišení mikroskopu  $d_p$  podle velikosti clony a pracovní vzdálenosti.



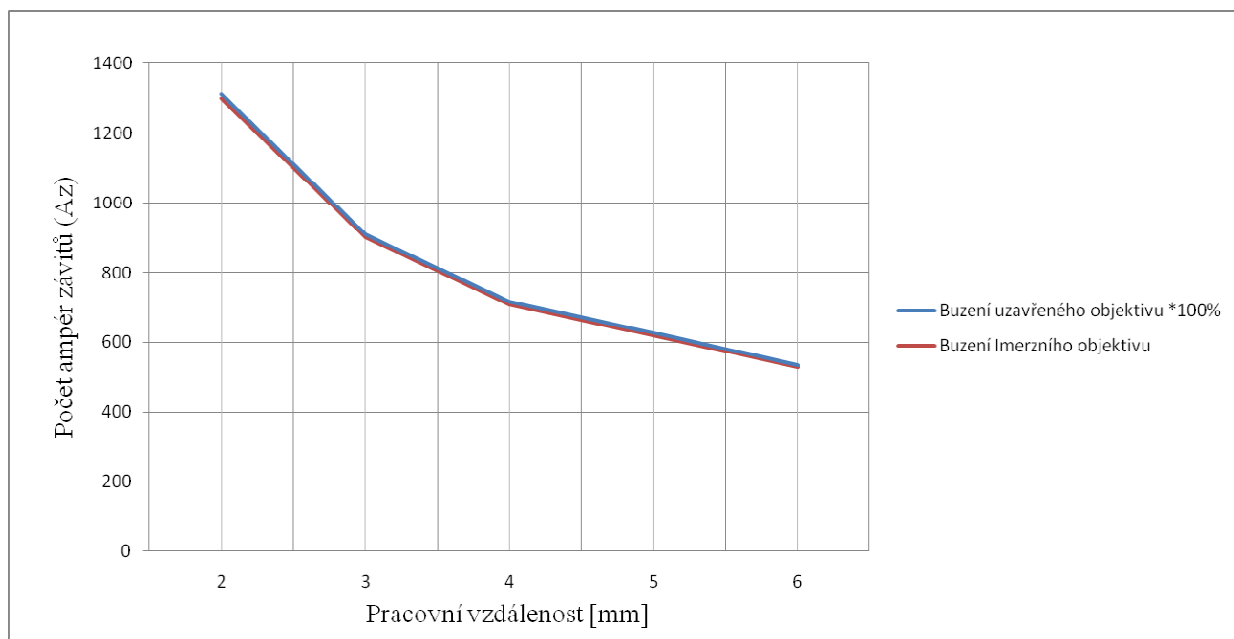
Obr. 7.25: Hodnoty dopadajícího proudu pro dané velikosti clon.

Pracovní vzdálenost 2 mm je nejkratší možnou vzdáleností vzorku od objektivu. Důvodem je umístění BSE detektoru mezi vzorkem a objektivem. Také zvyšováním hodnoty proudu v cívce objektivu při zaostření svazku na kratší ohniskovou vzdálenost dochází ke značnému přesycování materiálu pólových nástavců. Kratší pracovní vzdálenost by měla za následek zvýšení příkonu vinutí cívky, tím by se chlazení okolním vzduchem stalo nedostačujícím, což by vedlo k přehřátí cívky. Hodnoty koeficientů sférické a chromatické vady objektivu a přehled potřebných hodnot proudu ve vinutí pro dosažení pracovních vzdáleností je uvedeno v tabulce 7.3.

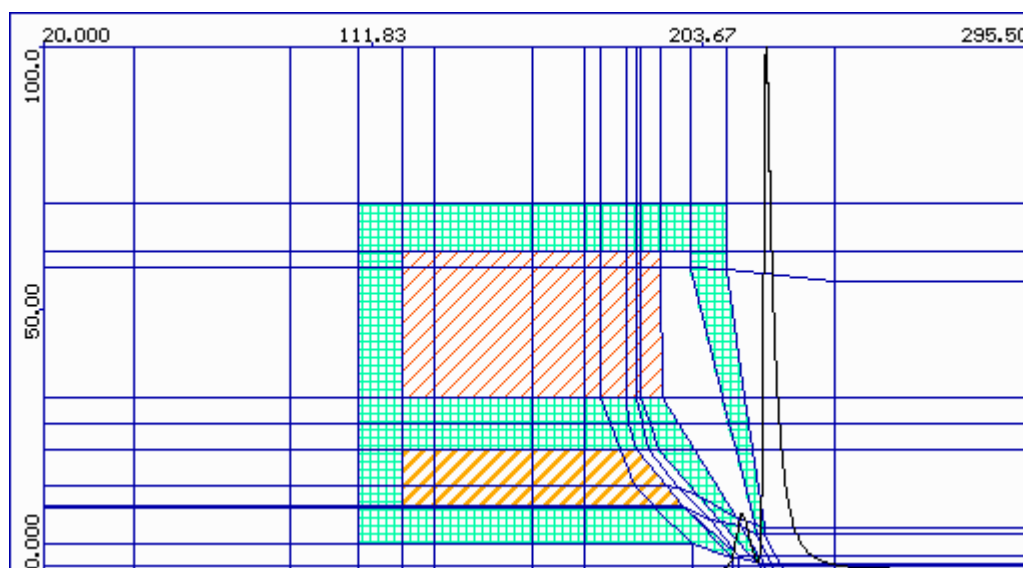
Pracovní vzdálenost [mm]	Cs [mm]	Cc [mm]	I [A]
2	1,82	1,08	0,65
4	11,1	2,64	0,45
6	36,6	4,4	0,36
8	87,3	6,3	0,31
10	183,5	8,5	0,27

Tab. 7.3: Hodnoty koeficientů sférické a chromatické vady objektivu pro dané pracovní vzdálenosti a proud protékající vinutím cívky.

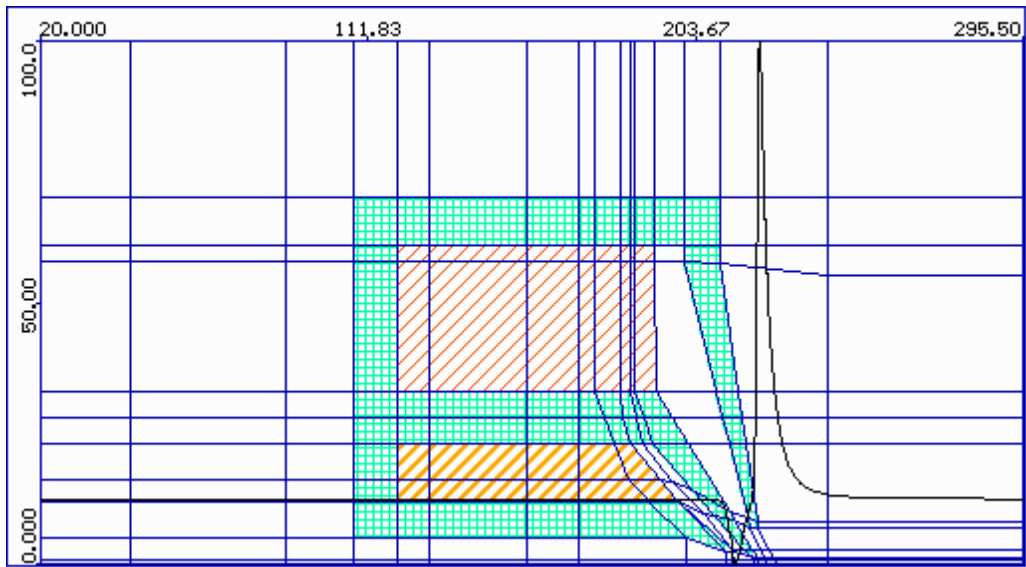
Nevýhodou kombinovaného objektivu je vznik parazitního magnetického pole na optické ose, které vzniká mezi pólovými nástavci uzavřeného objektivu při průchodu proudu ve vinutí imerzního objektivu. To je možné korigovat průchodem proudu opačné hodnoty vinutím uzavřeného objektivu, a dosáhnout tak odstranění parazitního pole. Průběh osového potenciálu je znázorněn na obrázcích 7.27, 7.28, 7.29. V intervalu pracovních vzdáleností 1,7–6 mm je vyrovnávací proud v cívce uzavřeného objektivu roven přibližně 1% z hodnoty proudu protékajícího vinutím imerzního objektivu. Hodnoty obou buzení jsou vyneseny graficky na obr. 7.26, kde je vyrovnávací proud násoben 100% pro zřetelnější srovnání obou křivek.



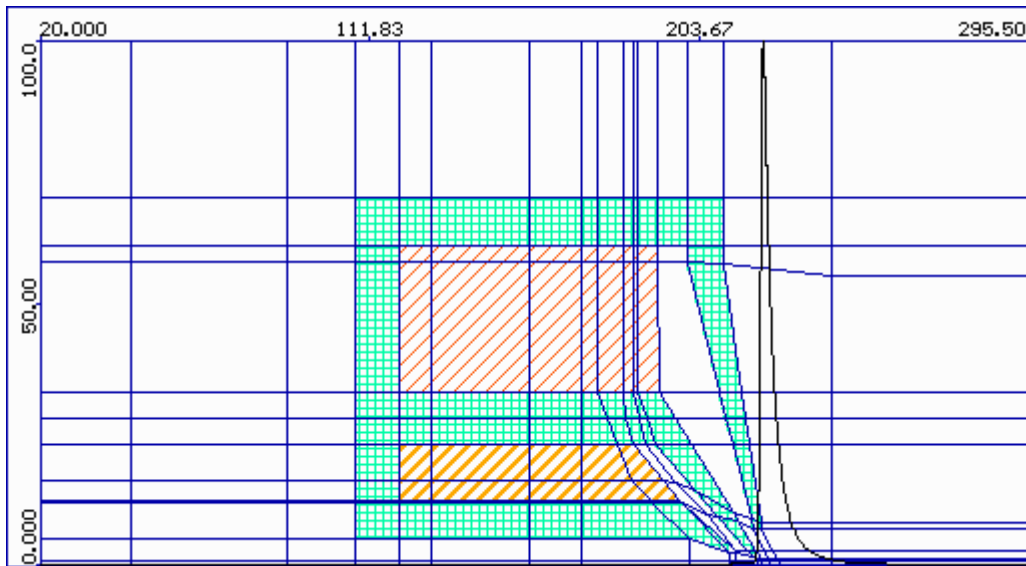
Obr. 7.26: Poměr hodnot ampéřzávitů v imerzním a uzavřeném objektivu pro dané pracovní vzdálenosti.



Obr. 7.27: Průběh potenciálu na optické ose při průtoku proudů stejných směrů cívkami.

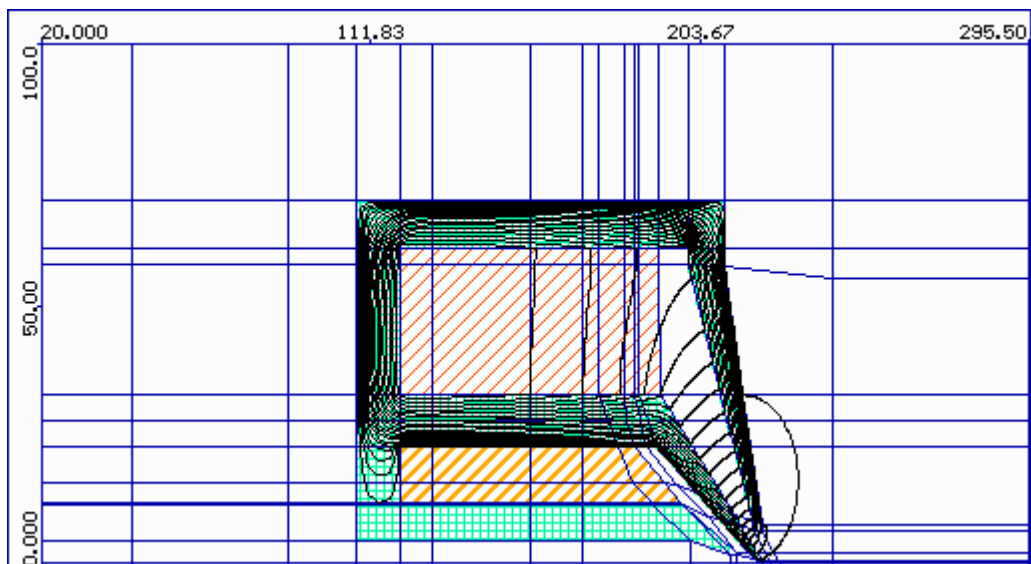


Obr. 7.28: Průběh osového potenciálu při průtoku proudů cívkami opačných směrů.

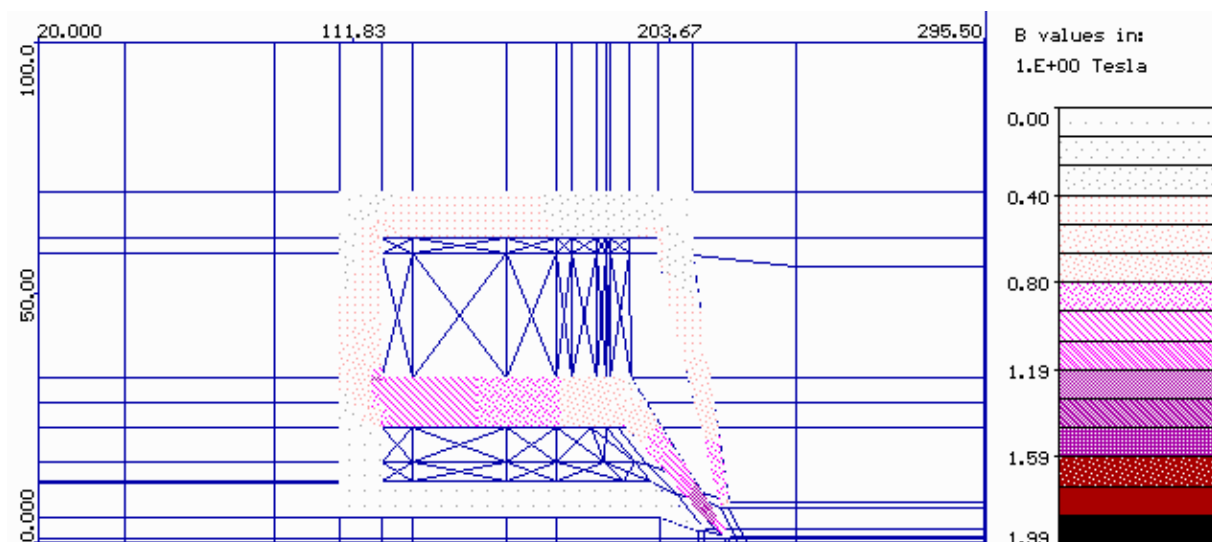


Obr. 7.29: Průběh potenciálu na optické ose při průtoku vyrovnávacího proudu cívkou.

Průběh siločar v zapnutém režimu imerzního objektivu je znázorněn na obrázku 7.30, který zachycuje vystupující magnetické pole z objektivu, které působí změnu indexu lomu před objektivem. Obrázek 7.31 ukazuje sycení materiálu pro maximální hodnoty procházejícího proudu, tedy pro minimální možnou pracovní vzdálenost.



Obr. 7.30: Průběh siločar v zapnutém režimu imerzního objektivu.



Obr. 7.31: Průběh sycení materiálu pro maximální hodnoty protékajícího proudu.

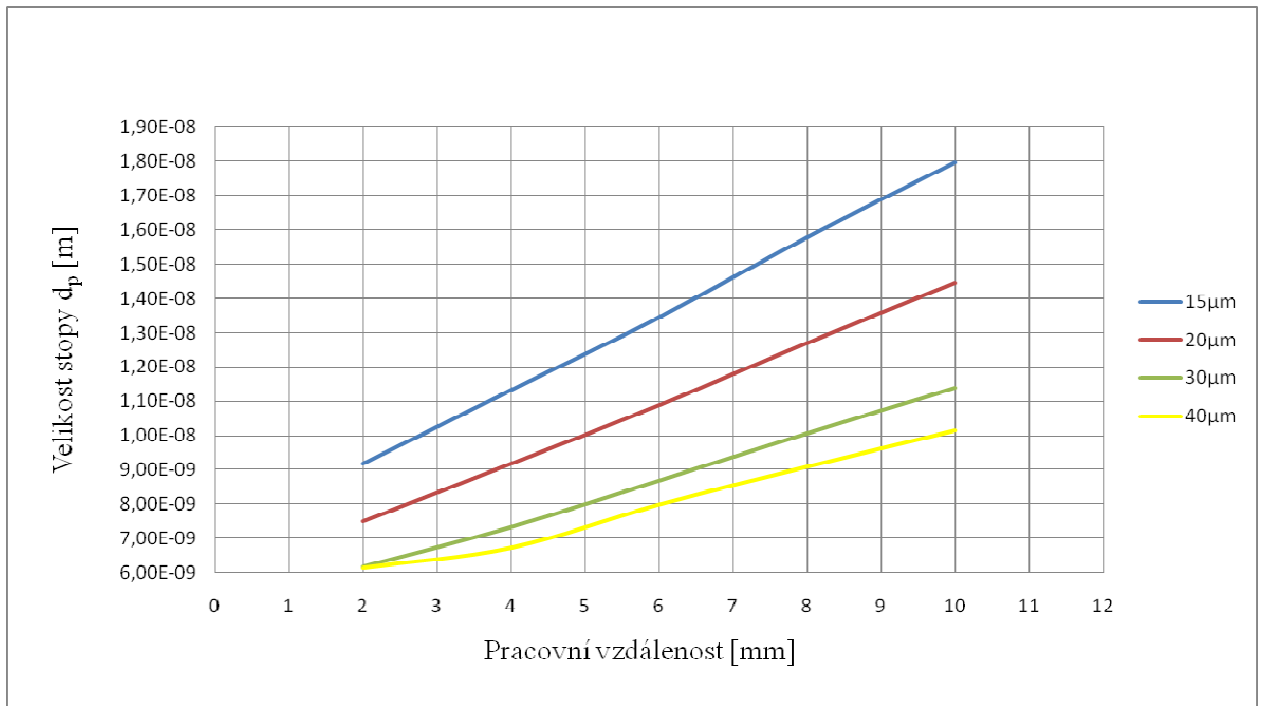
Sycení materiálu ovlivňuje průběh osového potenciálu, v případě přesycení vystupují siločáry mimo magnetický obvod. To může vést ke tvorbě parazitních maxim osového potenciálu, které mění dráhu elektronu, čímž dochází ke zhoršení optických vad a snížení rozlišení mikroskopu.

### 7.1.2 UZAVŘENÝ OBJEKTIV KOMBINOVANÝ

Uzavřený objektiv kombinovaný s imerzním objektivem je úpravou níže popsaného prvního návrhu mikroskopového objektivu. Nejznatelnější změny provedené v návrhu objektivu byly dvě: změna velikosti plochy průřezu cívky a bylo zmenšeno vrtání ve vnějším pólovém nástavci. Menší vrtání způsobuje větší koncentraci magnetického sycení v pólových nástavcích, což vede ke vzniku dostatečné magnetické intenzity na optické ose. Zůstaly tak zachovány podobné parametry rozlišení původního návrhu. Přehled hodnot rozlišení v závislosti na pracovní vzdálenosti pro různé velikosti aperturních clon je uveden v tabulce 7.4. Graficky znázorněné hodnoty tabulky zachycuje obr. 7.33. Nejvyšší získané rozlišení je dosaženo pro průměr aperturní clony 40  $\mu\text{m}$ , vyznačené žlutou křivkou.

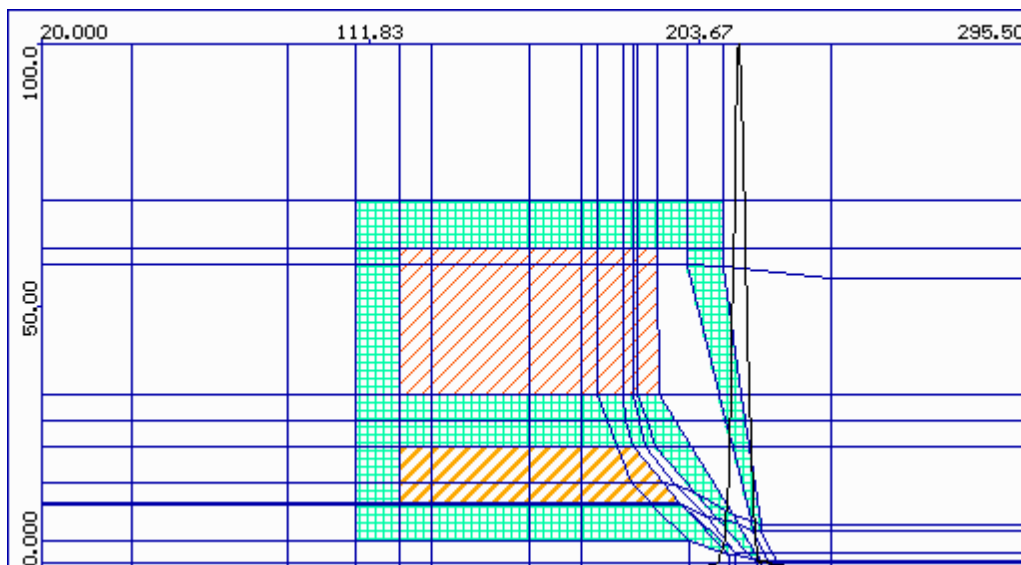
Pracovní vzdálenost	2 [mm]	4 [mm]	6 [mm]	8 [mm]	10 [mm]
Průměr clony					
15 $\mu\text{m}$	9,18E-09	1,13E-08	1,35E-08	1,58E-08	1,80E-08
20 $\mu\text{m}$	7,48E-09	9,17E-09	1,09E-08	1,27E-08	1,45E-08
30 $\mu\text{m}$	6,17E-09	7,33E-09	8,68E-09	1,01E-08	1,14E-08
40 $\mu\text{m}$	6,15E-09	6,73E-09	7,98E-09	9,08E-09	1,01E-08
50 $\mu\text{m}$	7,94E-09	7,25E-09	8,93E-09	9,63E-09	1,03E-08

Tab. 7.4: Rozlišení mikroskopu  $d_p$  [m] podle velikosti clony a pracovní vzdálenosti.

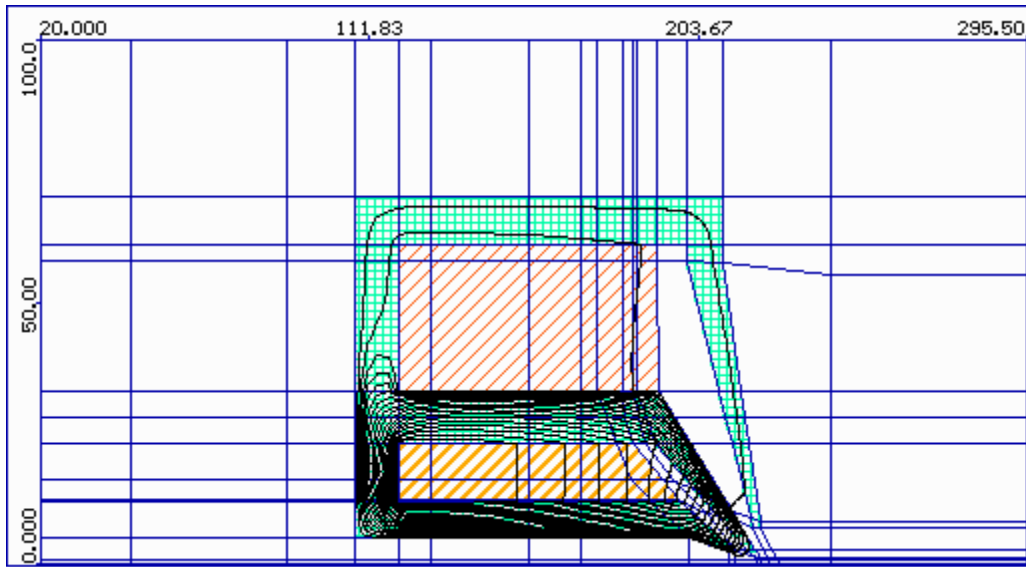


Obr. 7.33: Rozlišení mikroskopu  $d_p$  podle velikosti clony a pracovní vzdálenosti.

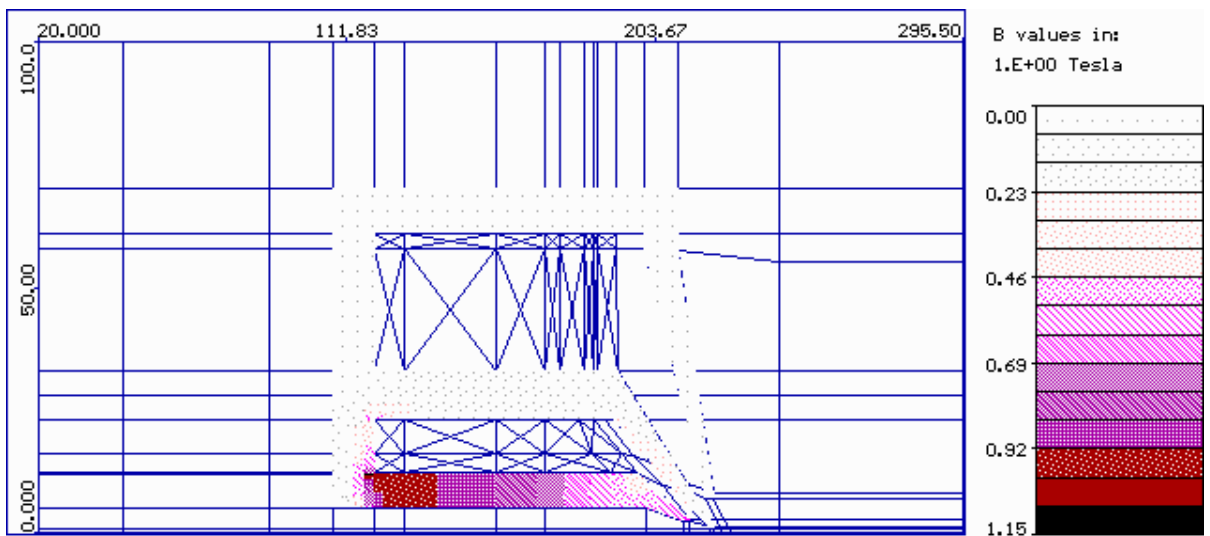
Znázornění průběhu potenciálu na ose uzavřeného objektivu je na obrázku 7.34. Průběh siločar v zapnutém režimu pak na obrázku 7.35 a sycení materiálu pro maximální hodnoty procházejícího proudu ukazuje obrázek 7.36.



Obr. 7.34: Průběh osového potenciálu uzavřeného kombinovaného objektivu.



Obr. 7.35: Průběh siločar v magnetickém obvodu uzavřeného kombinovaného objektivu.



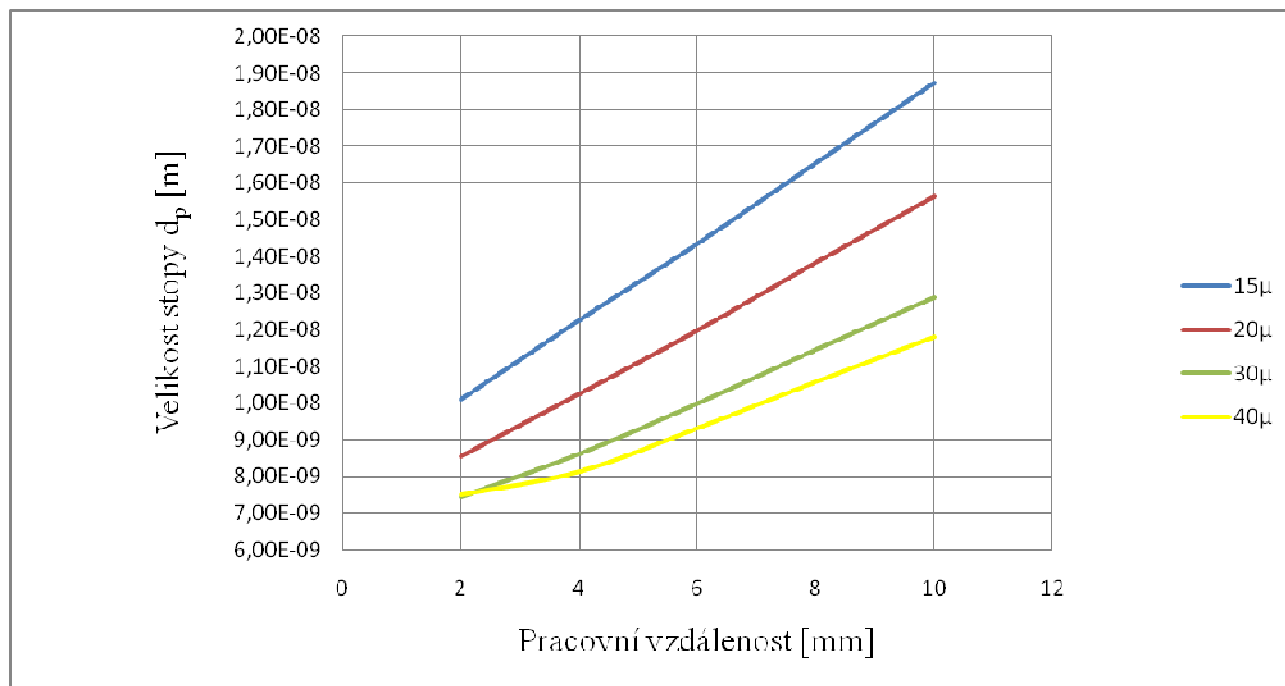
Obr. 7.36: Průběh sycení v magnetickém obvodu uzavřeného kombinovaného objektivu při maximálním průtoku proudu cívkou.

### 7.1.3 UZAVŘENÝ OBJEKTIV SAMOSTATNÝ

Návrh magnetického obvodu uzavřeného jednoduchého objektivu byl proveden tak, aby jeho parametry i některé rozměrové rysy odpovídaly požadavkům zadání, které očekávalo minimální rozlišení menší než 15 nm s běžnou pracovní vzdáleností 4–10 mm. Rastrování mělo být jednopatrové, elektrostatické s průměrem oktapólu 10 mm, čímž bylo dáno minimální možné vrtání v pólových nástavcích. Rozlišení v závislosti na pracovní vzdálenosti pro různé velikosti aperturní clony jsou uvedeny v tabulce 7.5. Pracovní vzdálenosti jsou uvedeny ve stejném rozsahu jako u předchozích řešení, aby bylo možné komplexní porovnání výsledků. Hodnoty jsou znázorněny též graficky na obr. 7.37.

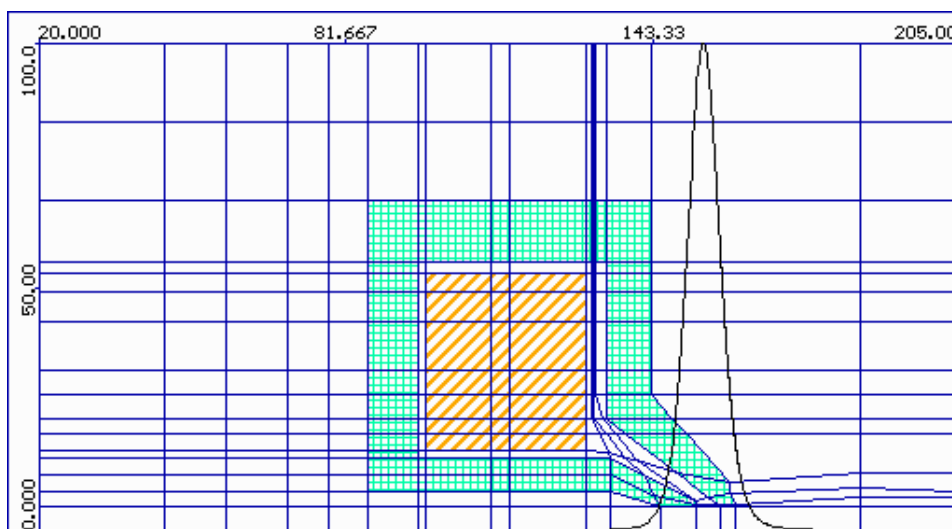
Pracovní vzdálenost	2 [mm]	4 [mm]	6 [mm]	8 [mm]	10 [mm]
Průměr clony					
15 $\mu$ m	1,01E-08	1,23E-08	1,43E-08	1,65E-08	1,87E-08
20 $\mu$ m	8,56E-09	1,03E-08	1,20E-08	1,38E-08	1,56E-08
30 $\mu$ m	7,44E-09	8,62E-09	9,99E-09	1,15E-08	1,29E-08
40 $\mu$ m	7,51E-09	8,14E-09	9,32E-09	1,06E-08	1,18E-08
50 $\mu$ m	9,11E-09	8,28E-09	9,30E-09	1,04E-08	1,15E-08

Tab. 7.5: Rozlišení pro různé velikosti clon při dané pracovní vzdálenosti.

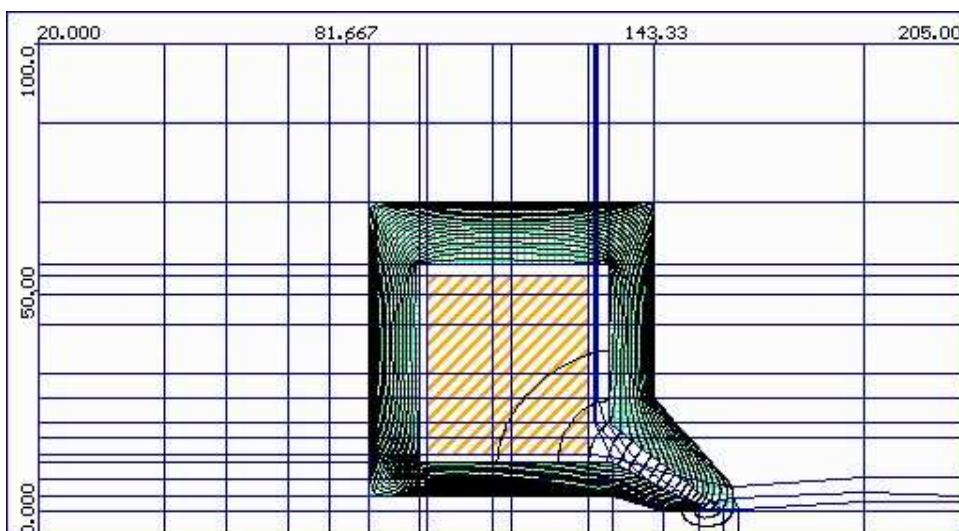


Obr. 7.37: Rozlišení mikroskopu  $d_p$  podle velikosti clony a pracovní vzdálenosti.

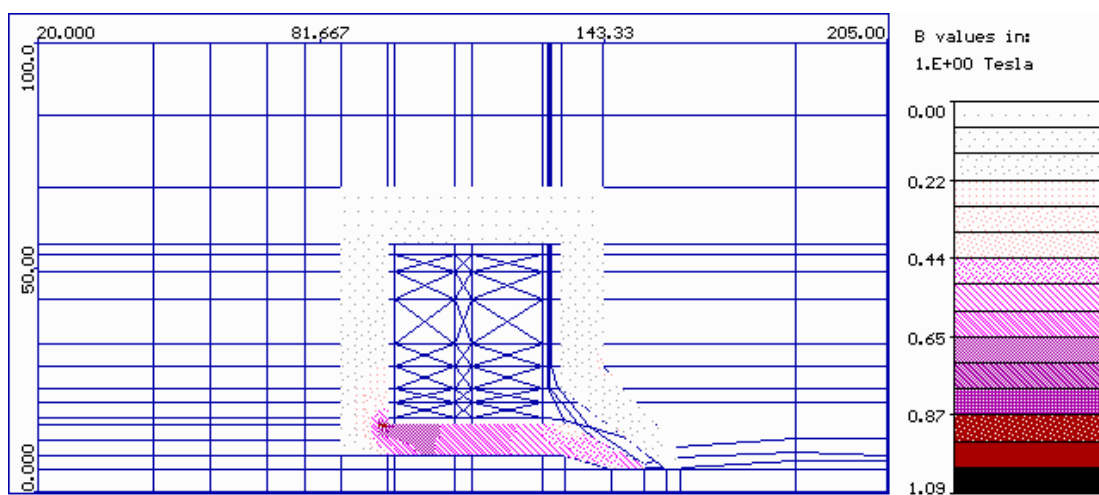
Na obrázku 7.38 je ukázán průběh potenciálu na ose uzavřeného objektivu. Průběh siločar v magnetickém obvodu znázorňuje obr. 7.39 a sycení materiálu pro maximální hodnoty procházejícího proudu je na obr. 7.36.



Obr. 7.38: Průběh osového potenciálu uzavřeného samostatného objektivu.



Obr. 7.39: Průběh siločar v magnetickém obvodu uzavřeného objektivu.



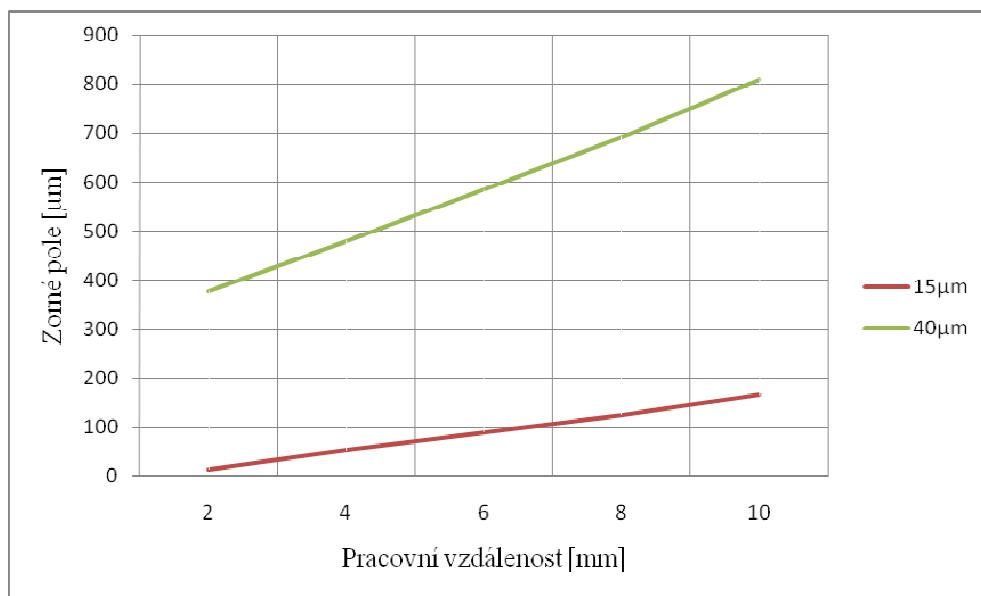
Obr. 7.40: Průběh sycení uzavřeného samostatného objektivu při maximálním průtoku proudu cívkou.

## 7.2 VYCHYLOVACÍ SOUSTAVA

Vychylování elektronového svazku bude prováděno elektrostatickými oktupóly. Jednopatrové rastrování bude použito pro uzavřený objektiv a dvoupatrové rastrování pro imerzní objektiv. Oktupóly dvoupatrového vychylování mají opačně orientované vychylovací pole a poměr vychylovacího napětí je určen tak, aby svazek procházel hlavní předmětovou rovinou objektivu. Teorie těchto principů je popsána například v Hawkes [31]. Velikost zorného pole se pro každý objektiv liší. Imerzní objektiv dosahuje vyššího rozlišení při malé pracovní vzdálenosti, zato zorné pole bude v porovnání s uzavřeným objektivem menší. Při energii elektronového svazku 5 kV a dosaženém rozlišení 2 nm s imerzním objektivem je očekávané zorné pole 15x15  $\mu\text{m}$ . Pro pozorování s uzavřeným objektivem bude zorné pole 850x850  $\mu\text{m}$  při dosaženém rozlišení 6 nm. Obě hodnoty zorného pole jsou platné pro 80% dopadajícího proudu ve stopě elektronového svazku. Přehled velikostí zorného pole pro další pracovní vzdálenosti je zaznamenán v tabulce 7.6 a graficky na obr. 7.41.

Pracovní vzdálenost [mm]	2	4	6	8	10
Zorné pole [ $\mu\text{m}$ ] imerzní objektiv	15	53	90	125	166
Zorné pole [ $\mu\text{m}$ ] uzavřený objektiv	378	480	585	693	810

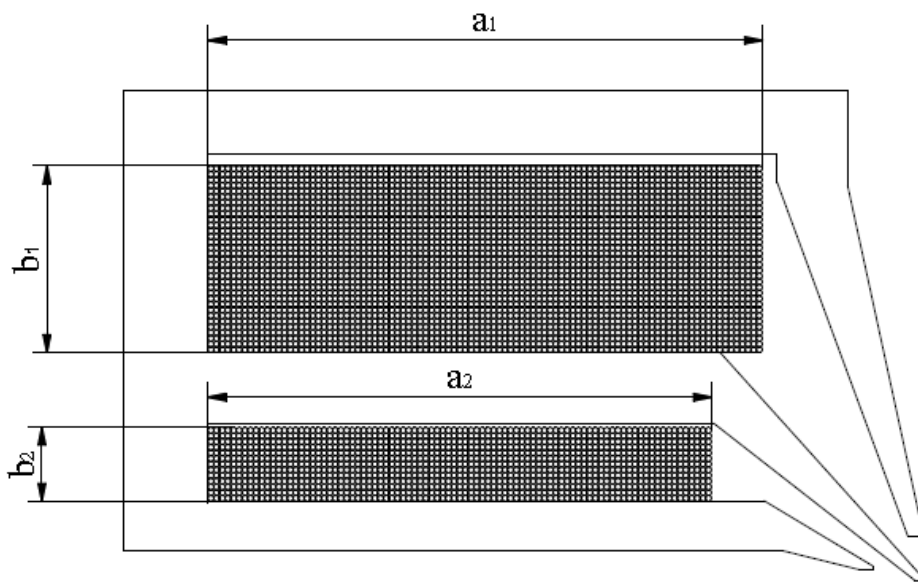
Tab. 7.6: Velikost dosaženého zorného pole pro různé pracovní vzdálenosti.



Obr.: 7.41 Hodnoty vypočteného zorného pole pro dané pracovní vzdálenosti.

### 7.3 NÁVRH BUDÍCÍHO VINUTÍ

Vinutí objektivu je navrženo tak, aby se hodnota potřebného příkonu pohybovala do 16 W, což je postačující pro chlazení objektivu pouze okolním vzduchem. Výpočtem magnetického obvodu, uvedeného v předchozí podkapitole, je dána hodnota magnetomotorické síly k zaostření svazku v dané pracovní rovině a současně i plocha průřezu vinutí. Známe-li magnetomotorickou sílu  $nI$ , kde  $n$  je počet závitů a  $I$  je proud tekoucí cívkou, lze určit počet závitů v cívce.



Obr. 7.42: Označení rozměrů vinutí cívek.

Příkony a proudy ve vinutí pro maximální hodnoty jsou uvedeny pro všechna navržená vinutí v tabulkách 7.7 až 7.8. Pro navržená vinutí byl zvolen drát o průměru 1 mm, tabulky zahrnují hodnoty pro širší rozpětí průměrů. Hodnoty všech tří vinutí jsou zaneseny do jednoho grafu na obrázku 7.43.

průměr drátu	odpor/km	závitů na cm <sup>2</sup>	závitů	proud [A]	odpor cívky [Ω]	příkon [W]
0,20	568,00	1650,00	12754,50	0,04	780,65	1,31
0,30	253,00	770,00	5952,10	0,09	162,27	1,25
0,40	142,00	450,00	3478,50	0,15	53,23	1,20
0,50	91,00	300,00	2319,00	0,23	22,74	1,15
0,60	63,00	210,00	1623,30	0,32	11,02	1,14
0,71	45,00	155,00	1198,15	0,44	5,81	1,10
0,80	35,00	120,00	927,60	0,56	3,50	1,11
0,90	28,00	100,00	773,00	0,68	2,33	1,06
1,00	22,80	83,00	641,59	0,81	1,58	1,04
1,12	18,10	65,00	502,45	1,04	0,98	1,06
1,18	16,30	56,00	432,88	1,21	0,76	1,11
1,32	13,00	44,00	340,12	1,53	0,48	1,12

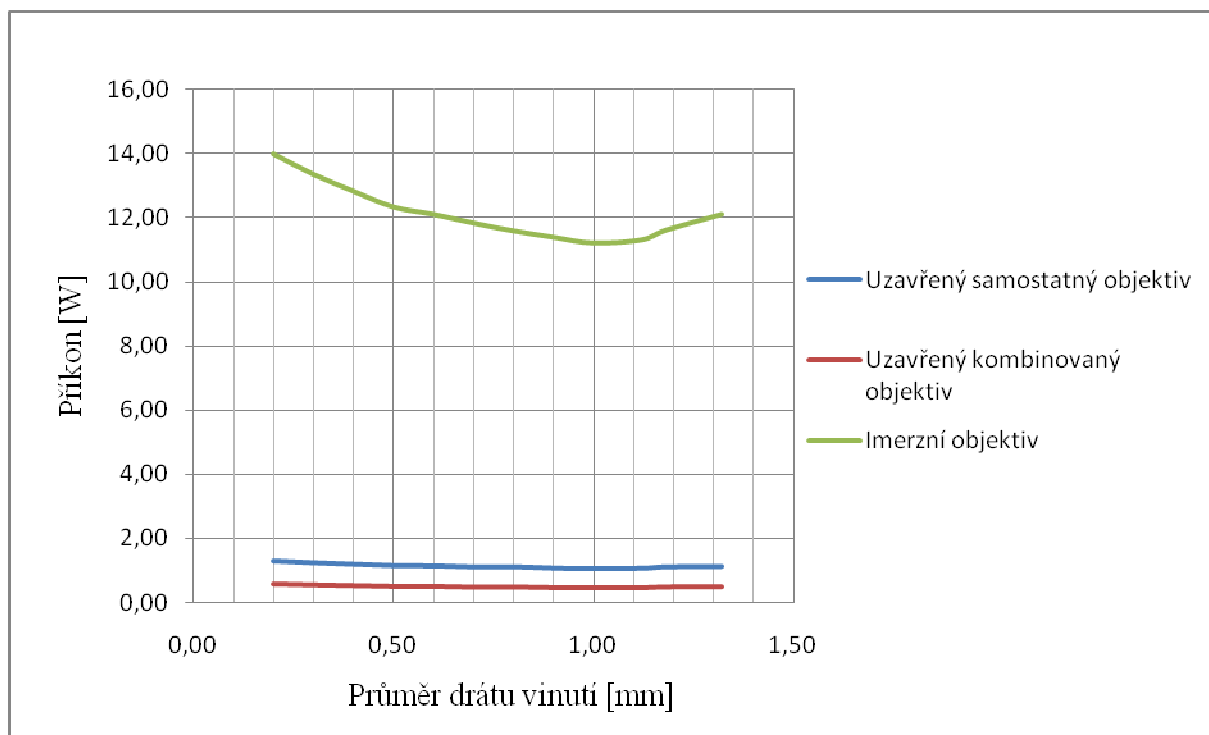
Tab. 7.7: Přehled hodnot pro vinutí kombinovaného imerzního objektivu pro 1700 Az.

průměr drátu	odpor/km	závitů na cm <sup>2</sup>	závitů	proud [A]	odpor cívky [Ω]	příkon [W]
0,20	568,00	1650,00	12754,50	0,03	780,65	0,59
0,30	253,00	770,00	5952,10	0,06	162,27	0,56
0,40	142,00	450,00	3478,50	0,10	53,23	0,54
0,50	91,00	300,00	2319,00	0,15	22,74	0,52
0,60	63,00	210,00	1623,30	0,22	11,02	0,51
0,71	45,00	155,00	1198,15	0,29	5,81	0,50
0,80	35,00	120,00	927,60	0,38	3,50	0,50
0,90	28,00	100,00	773,00	0,45	2,33	0,48
1,00	22,80	83,00	641,59	0,55	1,58	0,47
1,12	18,10	65,00	502,45	0,70	0,98	0,48
1,18	16,30	56,00	432,88	0,81	0,76	0,50
1,32	13,00	44,00	340,12	1,03	0,48	0,50

Tab. 7.8: Přehled hodnot pro vinutí kombinovaného imerzního objektivu pro 376 Az.

průměr drátu	odpor/km	závitů na cm <sup>2</sup>	závitů	proud [A]	odpor cívky [Ω]	příkon [W]
0,20	568,00	1650,00	33330,00	0,05	5709,59	13,99
0,30	253,00	770,00	15554,00	0,11	1186,82	13,36
0,40	142,00	450,00	9090,00	0,18	389,29	12,83
0,50	91,00	300,00	6060,00	0,27	166,32	12,33
0,60	63,00	210,00	4242,00	0,39	80,60	12,19
0,71	45,00	155,00	3131,00	0,53	42,49	11,80
0,80	35,00	120,00	2424,00	0,68	25,59	11,86
0,90	28,00	100,00	2020,00	0,82	17,06	11,38
1,00	22,80	83,00	1676,60	0,98	11,53	11,17
1,12	18,10	65,00	1313,00	1,26	7,17	11,32
1,18	16,30	56,00	1131,20	1,46	5,56	11,83
1,32	13,00	44,00	888,80	1,86	3,48	12,01

Tab. 7.9: Přehled hodnot pro vinutí samostatného uzavřeného objektivu pro 470 Az.

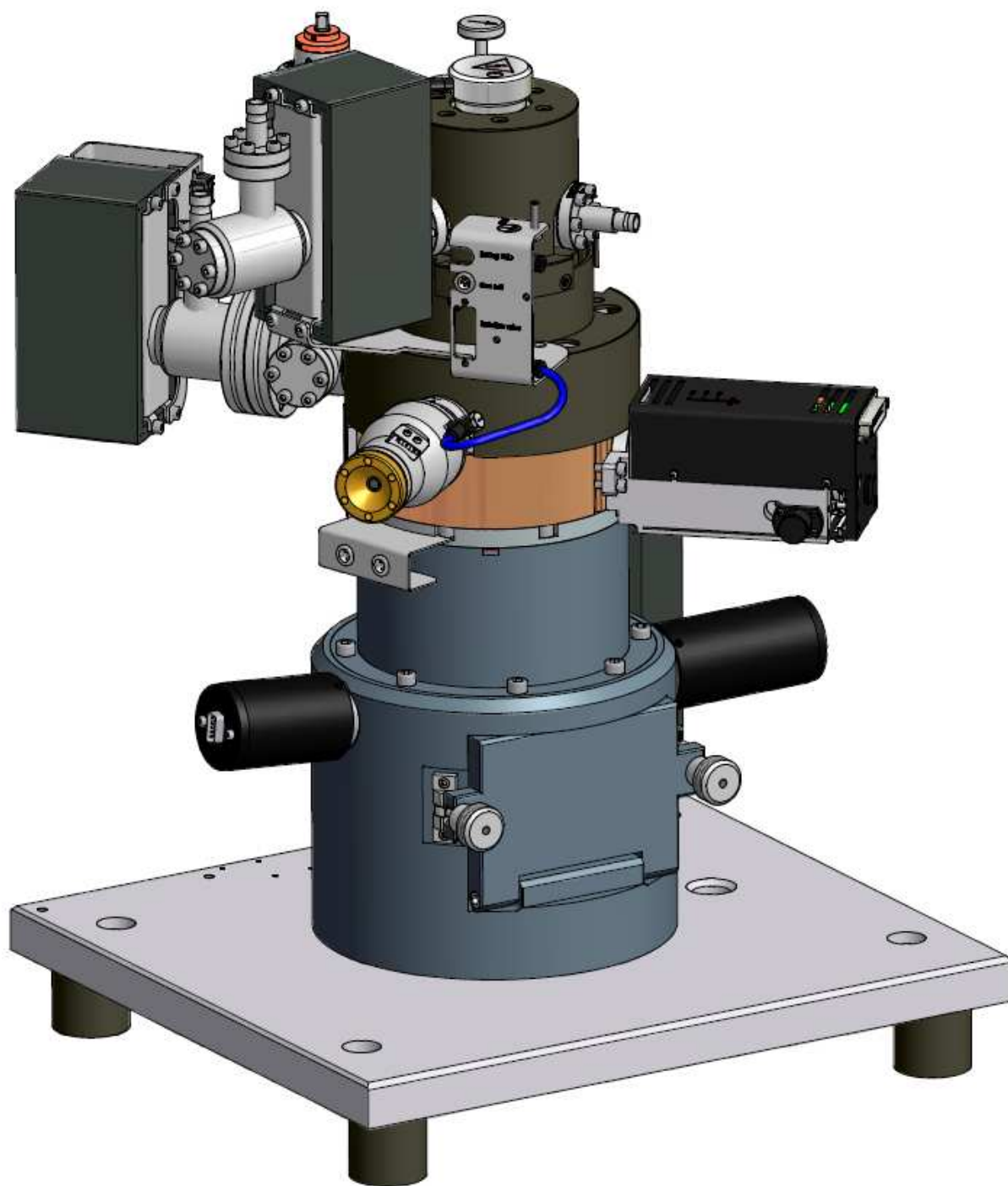


Obr. 7.43: Přehled hodnot příkonu pro všechna vinutí objektivů.

## 8 TECHNICKÉ ŘEŠENÍ

Technické řešení mikroskopu se odvíjí od teoretického návrhu magnetického obvodu. Z výpočtů jsou dány polohy optických komponent, jako je katoda, clona a objektiv s vychylovací soustavou. Nejzákladnějším rozměrem pro výchozí návrh konstrukce je velikost objektivu. Od samotného počátku byl při výpočtu brán ohled na připojovací rozměry elektronové trysky a objektiv byl koncipován tak, aby byl kompatibilní pro připojení těchto dílů. Dalším členem je aperturní clona, umístěná v poloze s neoptimálnějším rozlišením. Jako aperturní clona bude používána pásková clona s několika velikostmi otvorů, které umožní změny aperturního úhlu. Protože by poloha clony nebyla technicky řešitelná, v navržené vzdálenosti od katody byl mezi trysku a objektiv vložen chladicí měděný člen. Tím bude umožněno použití pohyblivé clony a z cívky bude lépe odváděno nežádoucí teplo, aby nedocházelo k přehřívání objektivu. Na rozměry objektivu navazovalo řešení komory, umístění manipulátoru vzorku a detektorů. Komora i manipulátor byly v průběhu vývoje navrženy i v jiných variantách, které budou též popsány. Manipulátor zvolený pro konečné řešení je pohyblivý pouze v rovině kolmé (x, y) k optické ose. Nelze tedy měnit polohu manipulátorem vzorku v optické ose (v ose z) kontinuálně během provozu mikroskopu. Pracovní rovinu lze měnit během pozorování pouze přeastřováním objektivu. Polohu vzorku v optické ose je možné nastavit pomocí přípravku, do kterého je vzorek upnut. Vodorovný pohyb manipulátoru bude prováděn piezoelektrickými pohony. Přístup k manipulátoru a výměna vzorků je umožněna otvorem na válcové straně komory mikroskopu. Víko je opatřeno drážkou pro těsnění, které na těsnící plochy víka a komory dotlačují dvě odklopné matice, uchycené na komoře mikroskopu. Prostor komory bude čerpán turbomolekulární vývěvou skrze otvor na dně komory. Pro dosažení potřebného vakua bude k udržení pracovního tlaku využíváno iontových vývěv.

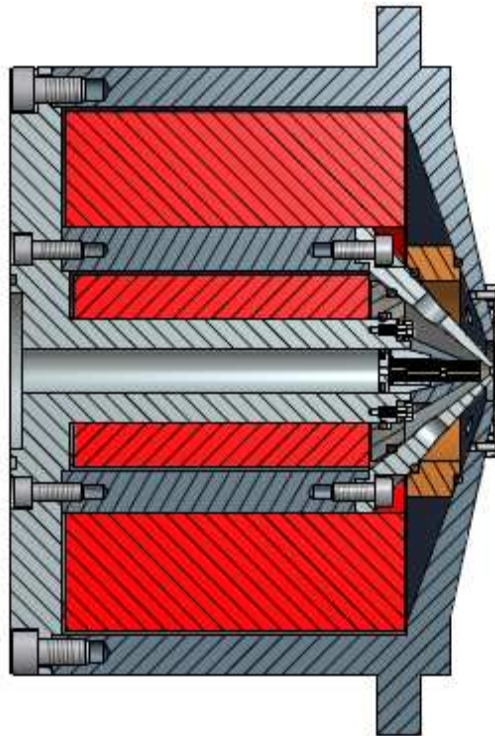
Na obrázku 8.44 je zobrazen model sestavy kompletního mikroskopu, kde jsou viditelné čtyři základní části, z nichž se mikroskop skládá. Nejvýše polohovaná část je tryska s iontovými vývěvami, uložená na chladícím bloku, na jehož pravé straně se nachází ovladač aperturní clony. Objektiv je usazený na komoře, na níž lze z bočních stran pozorovat výstupy SE a BSE detektorů. Přístroj je uchycen k nosné desce s otvorem pro připojovací přírubu turbomolekulární vývěvy. Deska bude usazena na stole, na čtyřech nohách. Ty jsou tvořeny silentbloky, které slouží k utlumení vibrací okolního prostředí. Na stole s mikroskopem bude umístěna i řídicí elektronika, která bude připojena k počítači s instalovaným ovládacím softwarem.



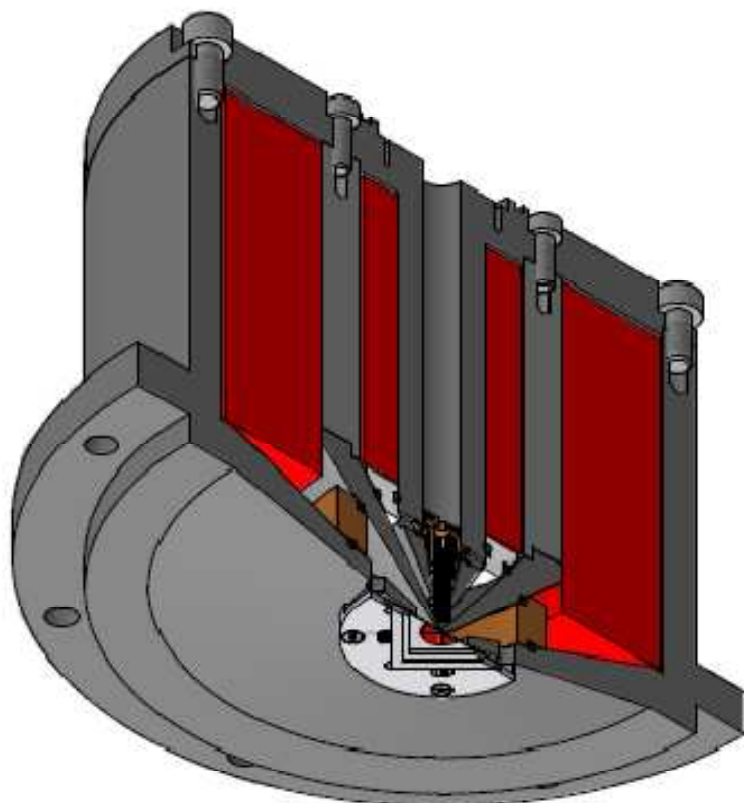
Obr. 8.44: Sestava rastrovacího elektronového mikroskopu.

## 8.1 OBJEKTIV

Většina objektivů je složena ze dvou kusů, z vnitřního a vnějšího pólového nástavce. Kombinovaný objektiv má poměrně složitý tvar a je nutné vyrobit jej z více dílů. Celkem je objektiv složený z pěti kusů, navzájem spojených šrouby. Rotační optické díly vyžadují vysokou přesnost výroby, aby byla zaručena souosost všech optických hran s optickou osou. Každá nepřesnost optických prvků a centrovacích ploch se odráží v kvalitě homogenity magnetického pole, což se projeví na vlastnostech získaného obrazu. Složený objektiv znázorňuje obrázek 8.45, kde lze vidět, jakým způsobem je objektiv rozdělen. Vnější pólový nástavec je vyroben z jednoho kusu a oba vnitřní pólové nástavce jsou rozděleny na jednodušší válcovou část a zužující se nástavce. Na válcových plochách je nasunuto vinutí cívek uzavřeného i imerzního objektivu. Cívky budou samonosné, zalité epoxidem. Stykové plochy mezi magnetickým obvodem a vinutím budou natřeny tepelně vodivou látkou, která slouží k lepšímu odvodu tepla při průchodu proudu cívkami. Vinutí cívek bude od vakuové části izolováno těsněním a přívod proudu vyveden válcovou stranou objektivu s konektory.



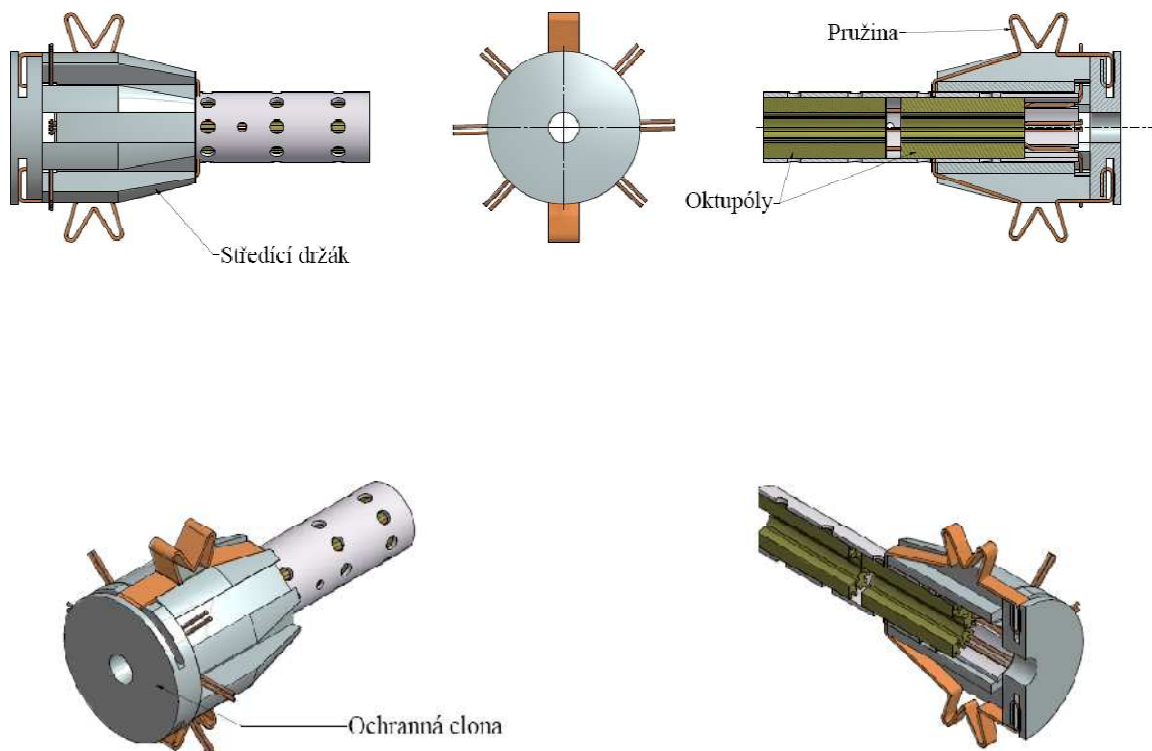
Obr. 8.45: Řez složeným objektivem mikroskopu.



Obr. 8.46: Řez složeným objektivem mikroskopu, pohled ze strany BSE detektoru.

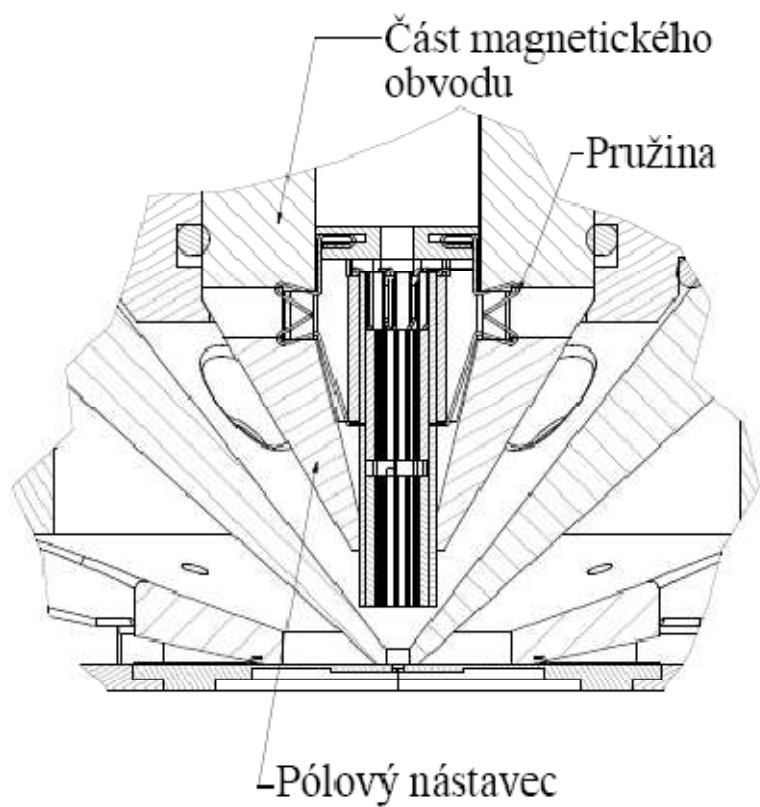
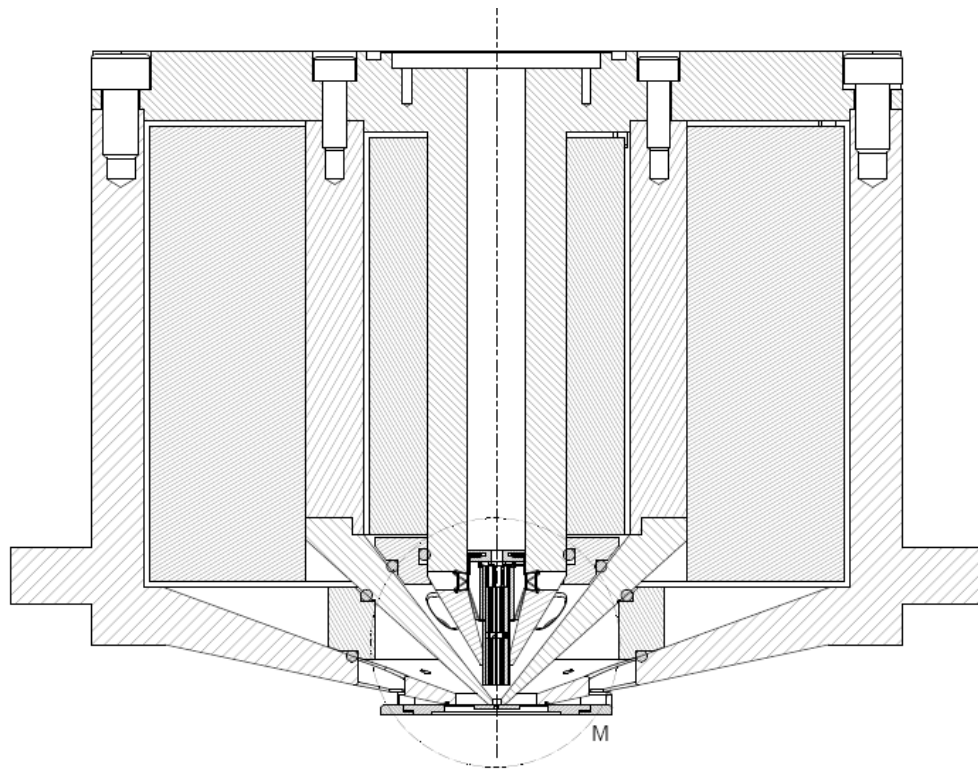
## 8.2 VYCHYLOVACÍ SOUSTAVA

Jak již bylo uvedeno dříve, vychylování bude prováděno elektrostatickými oktapóly a podle použitého objektivu bude v provozu buď jednopatrové, nebo dvoupatrové. Je nutné zajistit přesnou polohu oktapólů vůči sobě i vůči objektivu, tedy jeho hlavní rovině. Přesné polohy a vycentrování by mělo být dosaženo předepsanou přesností výroby. Sestavu vychylovací soustavy znázorňuje obrázek 8.47. Těla oktapólů jsou přilepeny v elektricky nevodivé trubičce v dostatečné vzdálenosti, aby nedošlo k přeskočení napětí. Maximální napětí přivedené na póly oktapólů je  $U = 300 \text{ V}$ . Uložením obou oktapólů v jedné trubičce je dána jejich vzájemná poloha, která již nemůže být měněna.



Obr. 8.47: Dvoupatrová vychylovací soustava oktupólů umístěných v nosné soustavě.

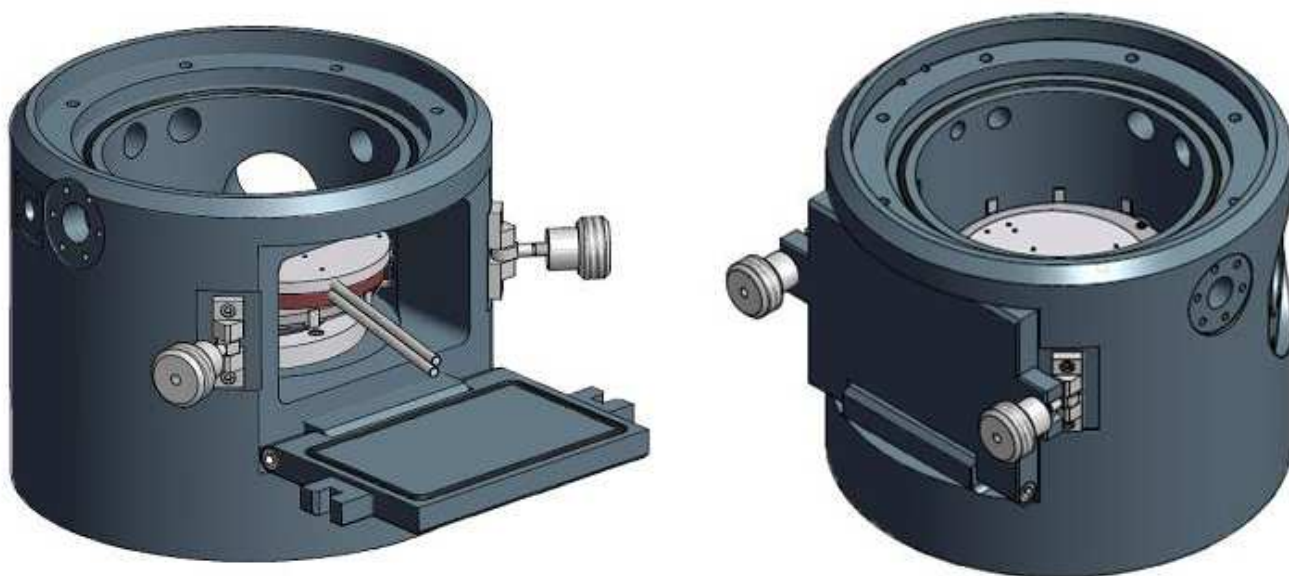
Vrtání v oktupólech je dokončeno až po zajištění vzájemné polohy v trubičce, což zvyšuje přesnost sousého uložení. Trubička bude vsunuta do nosiče a po nastavení polohy bude fixována vakuovým lepidlem. Nosič vychylovací soustavy je složen z válcové části, zakončené kuželovou plochou, a leštěné clony, která má za úkol chránit oktupóly před poničením elektronovým svazkem. Oba díly jsou k sobě přitlačeny tvarovanou pružinou, která má současně ukotvit polohu vychylovací soustavy v objektivu. Ukotvení nosiče ukazuje obrázek 8.48. Přítlačná pružina je stlačena mezi rozdělenými částmi vnitřního pólového nástavce, v nichž jsou vyhotoveny drážky, které slouží též k vývodu drátů z oktupólů. Elektrický přívod je dále veden skrze otvory vyrobené po obvodu pólových nástavců až do komory, kde jsou instalovány elektrické průchodky jako přechod mezi okolním prostředím a vakuem.



Obr. 8.48: Zajištění polohy nosiče oktupólů v optické ose.

### 8.3 KOMORA VZORKU

Komora je konstruována s ohledem na velikost objektivu a manipulátoru. Vnitřní prostor komory umožňuje dostatečný pohyb preparátu, který je přístupný po odšroubování přítláčných šroubů a odklopení víka na válcové části komory. Prostor v komoře byl navržen co nejmenší, aby bylo dosaženo co nejkratší doby vyčerpání prostoru při zachování funkčnosti související s manipulací vzorku. Obrázek 8.49 vlevo znázorňuje polohu odklopeného víka s přístupem k manipulátoru, u kterého je naznačen způsob vyjmutí vzorku z komory. Obrázek 8.49 vpravo ukazuje komoru se zavřeným a zajištěným víkem. Podložku se vzorkem je možné vyjmout rukou, nebo za pomoci rukojetí našroubovatelných do podložky vzorku a pohyblivé části. Komora je opatřena osazením pro elektrické průchodky pro přívod napájení vychylovací soustavy, piezoelektrických pohybů a vyvedení signálu z BSE detektoru.

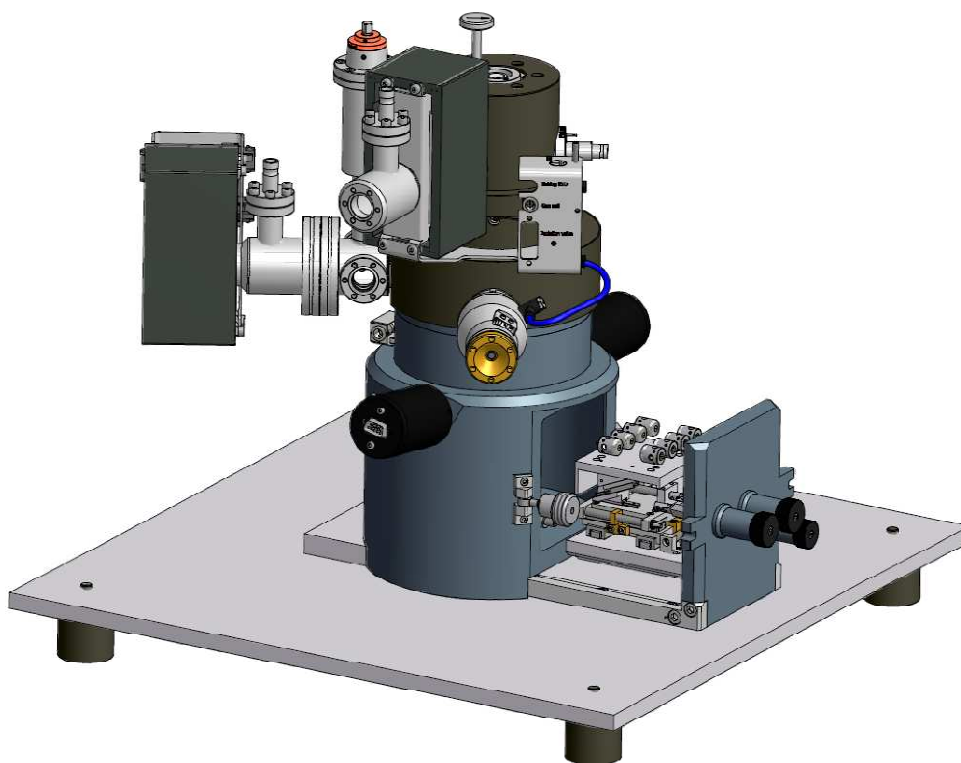


Obr. 8.49: Komora mikroskopu s víkem otevřeným (vlevo) a uzavřená komora s víkem zajištěným přítláčnými maticemi.

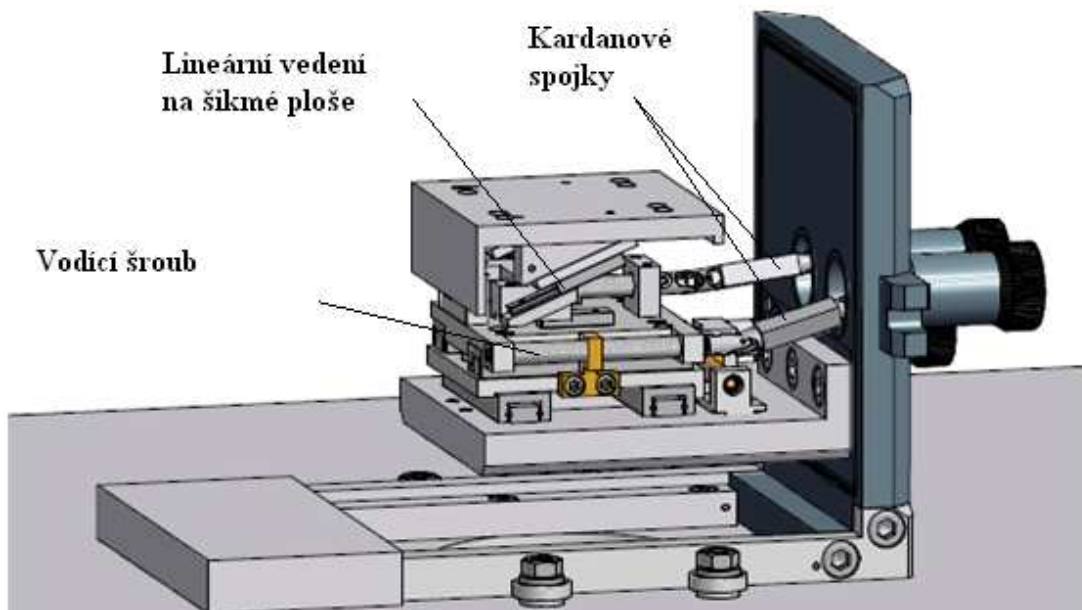
## 8.4 NÁVRHY MANIPULÁTORŮ

### 8.4.1 MANIPULÁTOR S RUČNÍM POSUVEM

Manipulátor s ručními posuvy byl navržen pro první variantu mikroskopu. Ovládání posuvů bylo realizováno rotačně přes víko komory, na kterém byl manipulátor zavěšen (obr. 8.50). Víko s manipulátorem je spojeno s výsuvným vedením s možností pohybu pod komorou mikroskopu mimo vakuový prostor. Vysunutí mimo komoru umožňuje snadnější výměnu vzorku. Stolek byl navržen s možností pohybu ve všech třech osách ( $x$ ,  $y$ ,  $z$ ), s rozsahem  $\pm 20$  mm v osách  $x$ ,  $y$ , v optické ose je možný posuv  $\pm 5$  mm. Z důvodu nežádoucího tření využívají hybné části mechanismu vedení kuličkových lineárních posuvů [32], které jsou blíže vidět na obrázku 8.51. Tření a opotřebení ve vakuu je věnována například publikace Крагельский [33]. Pohyb manipulátoru vzniká rotací pevně uchyceného vodícího šroubu, na kterém se pohybuje matice spojená s posuvnou částí manipulátoru. Rotací vroubkovaných ovladačů je přenášen rotační pohyb na vodící šrouby teleskopickými kardanovými spojkami. Vodící šroub pro pohon pohybujícího se členu v jedné ose je spojen s ovládacím hřídelem pružnou spojkou, za níž se nachází kuželové soukolí, které slouží pro převod pohybu v kolmém směru vzhledem k ovládacím prvkům.

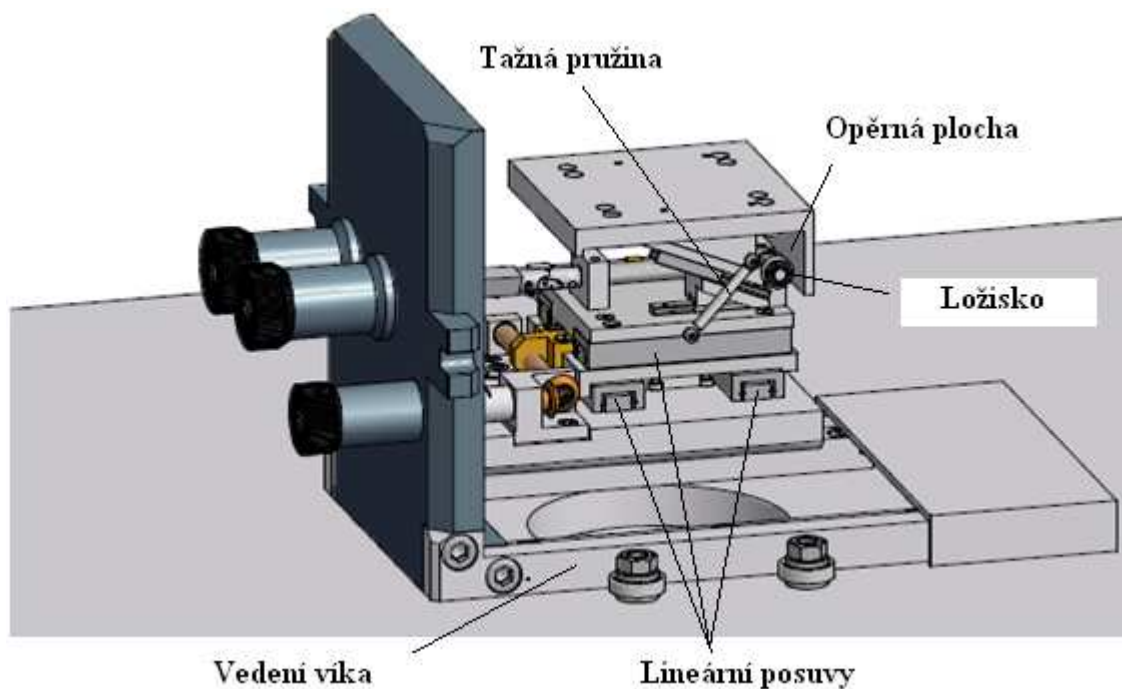


Obr. 8.50: Ukázka řešení mikroskopu s ručně ovládaným manipulátorem.



Obr. 8.51: Pohled z levé strany na manipulátor zavěšený na víku komory.

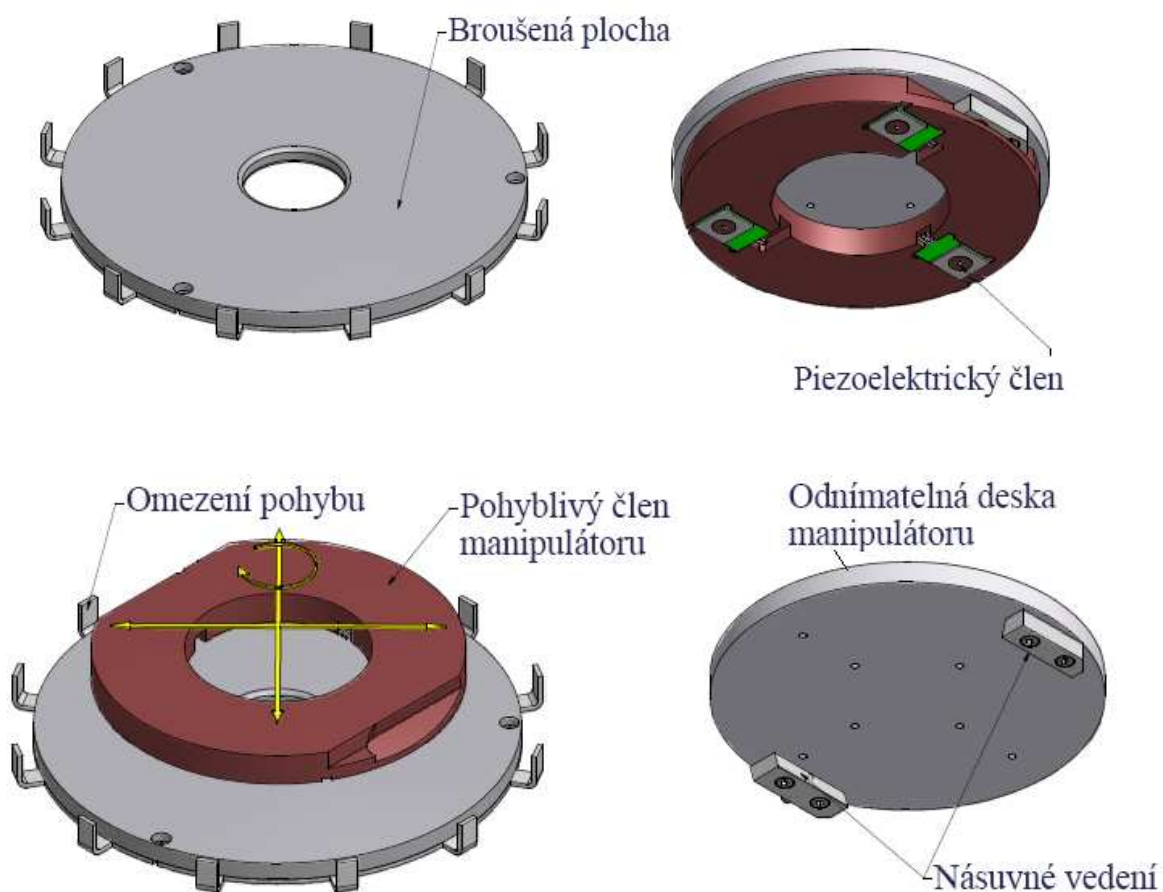
Pohyb v optické ose byl navržen se stejným principem vodících šroubů a pohyblivých matic jako u pohybů v osách  $x$ ,  $y$  s tím rozdílem, že lineární vedení je uloženo na nakloněné rovině. Čelo horní desky, pohybující se v optické ose, je dotlačováno pružinou k ložisku (obr. 8.52) a při pohybu matice s lineárním vedením dochází ke změně polohy. Vůle ostatních vodících šroubů je vymezena tažnými pružinami.



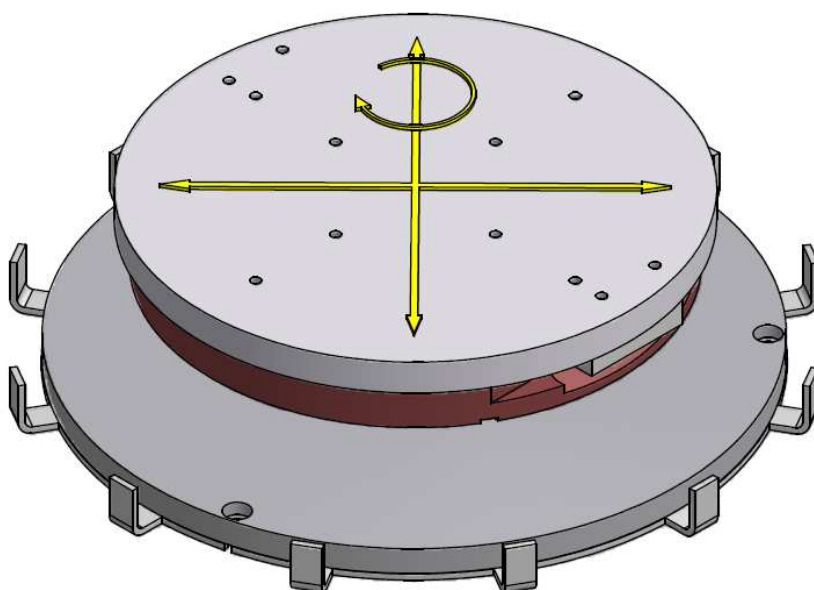
Obr. 8.52: Pohled z pravé strany na manipulátor zavěšený na víku komory.

## 8.4.2 MANIPULÁTOR S PIEZOELEKTRICKÝM POSUVEM

Manipulátor se skládá z pohyblivé a statické části. Statická část je umístěna v ose mikroskopu v dostatečné vzdálenosti nad čerpacím otvorem. Jedná se o broušenou kruhovou desku s dorazem posuvu (obr. 8.53 vlevo nahoře). Broušená deska slouží jako základna, po které jezdí manipulátor, hnaný piezoelektrickými posuvy, s odnímatelnou upínací deskou pro vzorek (obr. 8.53 vpravo nahoře). Elektrické připojení piezoelektrických pohonů je vedeno středem broušené desky, což způsobuje omezení rotace se vzorkem kolem optické osy. Naznačení pohybů ukazuje obrázek 8.54, kde je zobrazen složený manipulátor. Přestože byl navržen manipulátor s možností pohybu i v optické ose a v rovině k ní kolmé, byl zvolen popsáný systém z důvodu snížení nežádoucích vibrací, které by mohly být znatelné obzvláště při práci ve vysokorozlišovacím módu. Také z hlediska budoucích vývojových trendů se získané zkušenosti s tímto typem pohonu jeví jako velmi užitečné.



Obr. 8.53: Manipulátor vzorku s piezoelektrickými pohony typu „push-pull“.



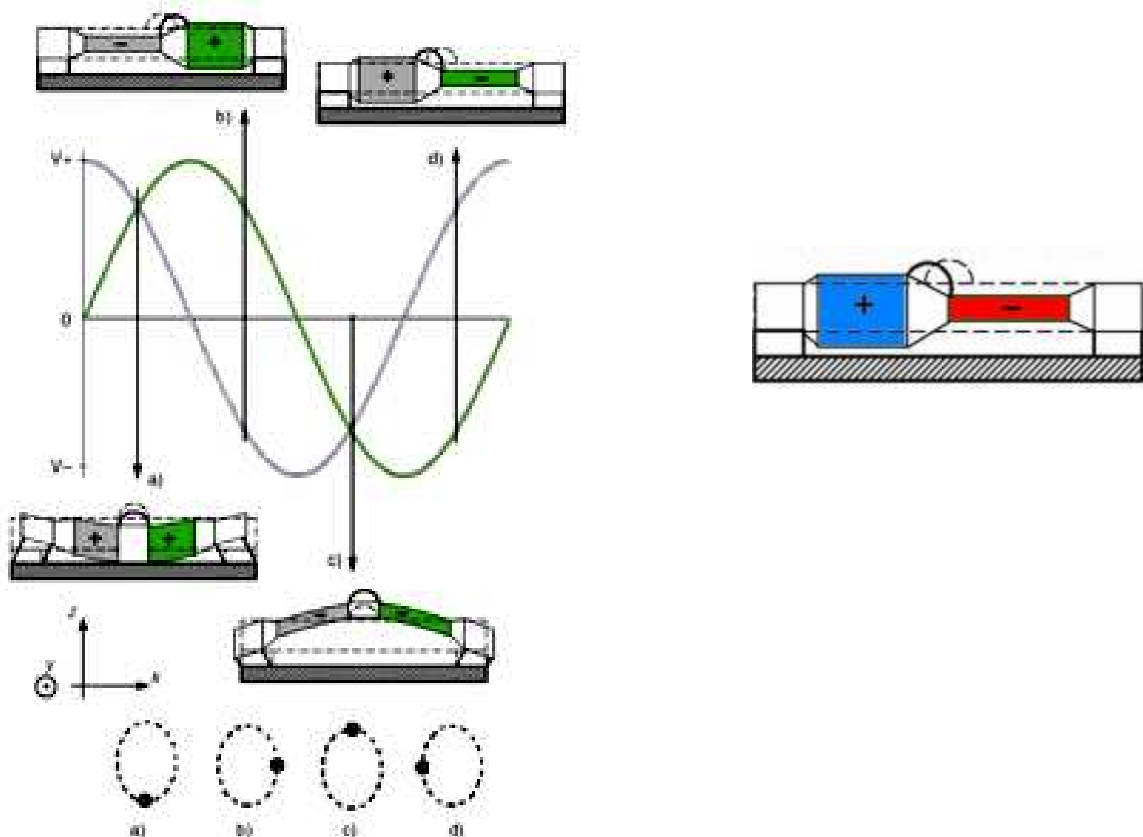
Obr. 8.54: Pohled na složený manipulátor s naznačenými pohyby.

Na obrázku 8.55 je ukázán akční člen pohonů nazývaný MPA (Monolithic Piezoactuators). Pohony jsou složeny ze tří prvků MPA. Substrát těchto prvků je piezokeramický materiál polarizovaný ve svislém směru, jehož spodní strana je uzemněna. Na horní ploše je nanášena kruhová elektroda, rozdělená do čtyř kvadrantů. Uprostřed těchto kvadrantů je nalepena safírová kulička, která má funkci stykového členu s podložkou, po níž dochází k pohybu. Vývoji těchto pohonů je věnován evropský projekt Golem [34]. O principech těchto pohonů je detailněji pojednáno například v [35, 36].



Obr. 8.55: Piezoelektrické pohony typu „push-pul“ [35].

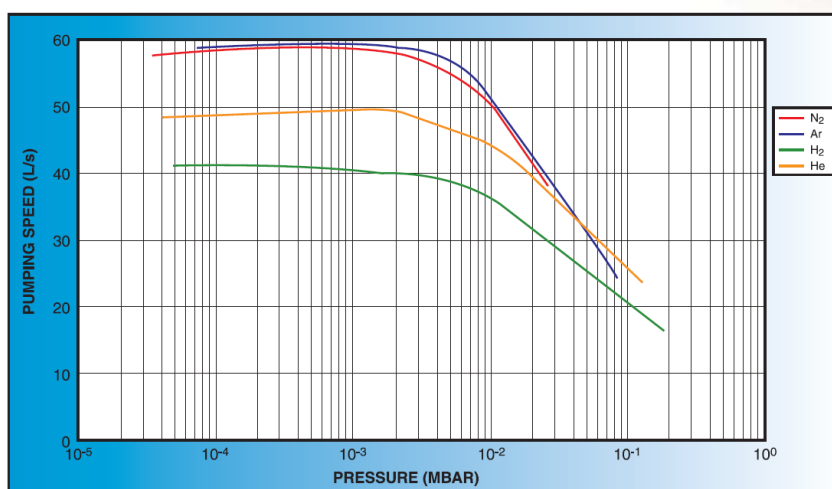
Popsané uspořádání umožňuje pohyb založený jak na principu „stick-slip“, tak i na principu „push-pull“. Při pohonu typu „push-pull“ jsou na elektrody přiváděny sinusové signály, které jsou vzájemně posunuty o  $90^\circ$  (obr. 8.56). Safírové kuličky tak opisují při pohybu dráhu elipsy a pohon je díky tomu schopen (v závislosti na amplitudě a frekvenci přivedených napětí na elektrody) pohybovat deskou se vzorkem vysokou rychlostí, nebo naopak generovat extrémně malé kroky. Pohony využívají principu tření na stykových plochách safírové kuličky a kluzné plochy, čímž je samozřejmě ovlivněna opakovatelnost přesného polohování na základě přivedených signálů. Nerovnost i opotřebení materiálu, stejně jako velikost zatěžující hmotnosti, má vliv na práci pohonů. Z hlediska přesnosti opakování polohy je vhodnější volbou sledování reálné polohy preparátu. Testováním pohonů, které budou využívány pro řešený mikroskop, byla určena optimální váha hybného členu přibližně 200g. Hmotnost má vliv na setrvačnost pohybu, na jeho rychlost a velikost kroku. Rychlost je v tomto případě přibližně 3 mm/s a velikost kroku v jednotkách nanometrů.



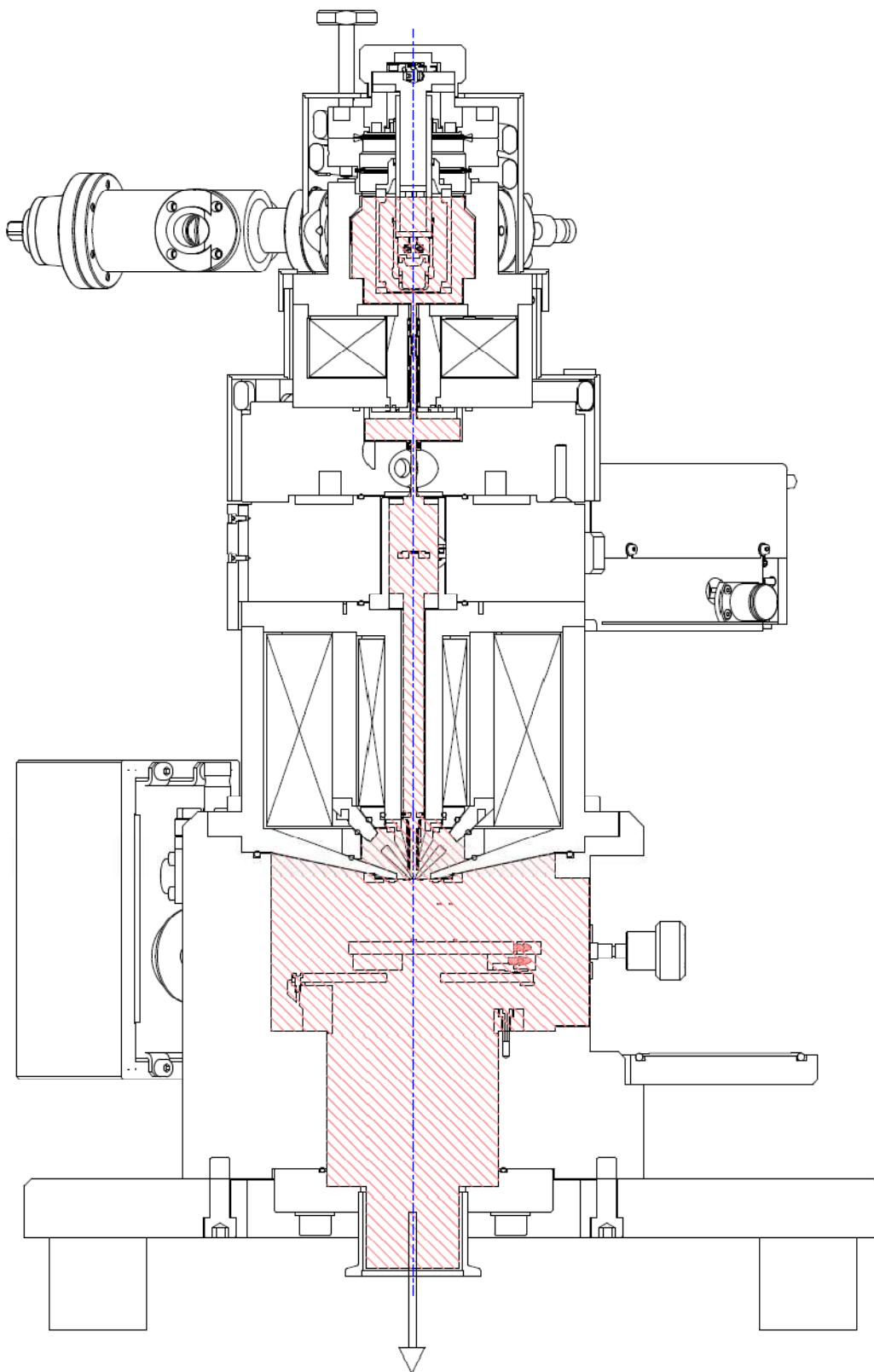
Obr. 8.56: Pohyby safírové kuličky s průběhem přivedeného napětí na elektrodách [35].

## 8.5 VAKUOVÝ SYSTÉM

Správná funkce mikroskopu i životnost katody nemůže být zaručena bez dosažení potřebné hodnoty vakua. Vakuum v komoře mikroskopu bude získáváno turbomolekulární vývěvou TSH 071 E (obr. 8.57) otvorem skrze dno komory, nad nímž je umístěn manipulátor vzorku. Čerpaný prostor je vyznačen šrafy na obrázku 8.58. Vývěva bude připojena rychloupínací spojkou na přírubu přes antivibrační člen. Prostor trysky s katodou bude navíc čerpán iontovými vývěvami. Aby při výměně vzorku nedocházelo k napouštění komory s katodou a ke kontaminaci samotné katody, je komora s manipulátorem vzorku a komora trysky oddělena přepouštěcím ventilem. Komora trysky je rozdělena anodovou clonou na předkomoru a komoru s katodou, ve kterých je díky cloně udržován rozdílný tlak. Tlak v prostoru trysky, kde je instalována Shottkyho katoda, dosahuje přibližně  $7 \times 10^{-10}$  Torr ( $7 \times 10^{-8}$  Pa), v prostoru mezi clonou a uzavřeným ventilem  $\sim 5 \times 10^{-8}$  Torr ( $\sim 5 \times 10^{-6}$  Pa) a komora vzorku by měla být udržována na hodnotách tlaku  $\sim 1 \times 10^{-6}$  Torr ( $\sim 1 \times 10^{-4}$  Pa).



Obr. 8.57: Turbomolekulární vývěva TSH 071 E od společnosti Pfeiffer Vacuum a graf čerpací rychlosti v závislosti na tlaku [37].

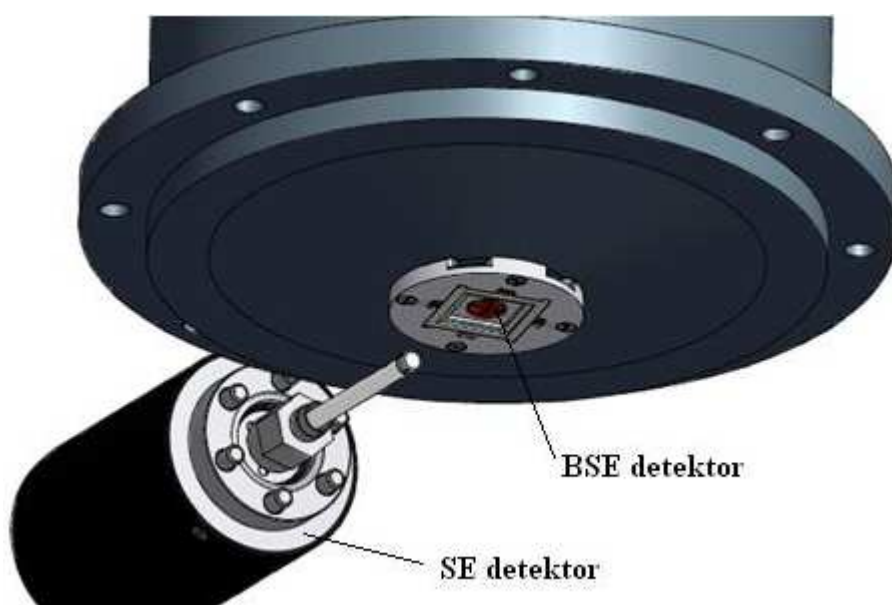


Obr. 8.58: Schematické zobrazení čerpaného prostoru v mikroskopu. Šrafovaná část znázorňuje evakuovaný prostor.

## 8.6 DETEKTORY ELEKTRONŮ

### 8.6.1 DETEKCE SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ (SE)

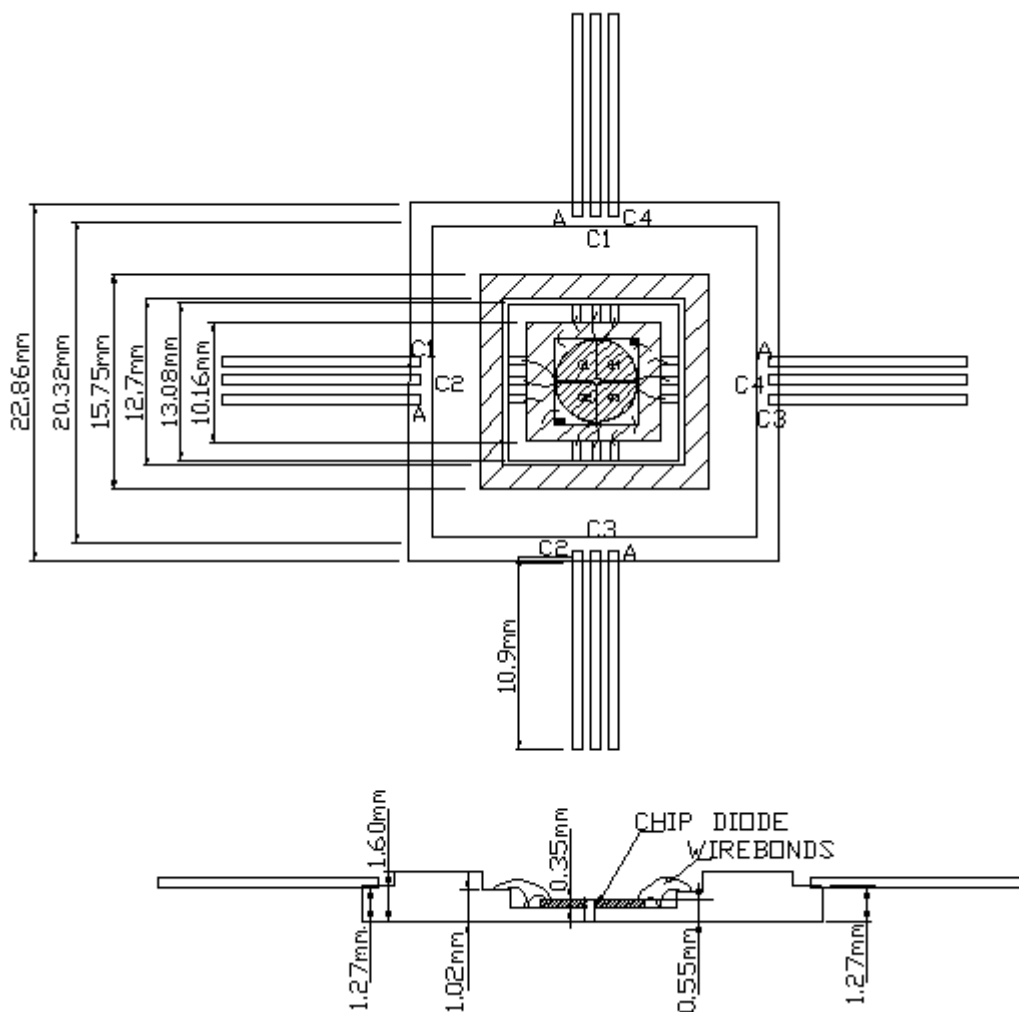
Detekce sekundárních elektronů bude prováděna SE detektorem typu Everhart–Thornley, složeným ze scintilátoru, světlovodu a fotonásobiče. Na scintilátor bude přiváděno napětí o velikosti 6–10 kV, které odsává nízkoenergiové elektrony z okolí preparátu. Urychlené elektrony získají dostatečnou energii k tomu, aby po dopadu na destičku, tvořenou materiálem YAG, vybudily vznik fotonů o vlnové délce 560 nm. Světlovodem jsou pak fotony odváděny na fotokatodu násobiče, která je umístěna již mimo vakuum komory. Po dopadu na fotokatodu jsou fotony přeměněny na elektrony a ty jsou dále zesilovány předzesilovači. Zesílený signál je zpracován a zobrazen na monitoru. Obrázek 8.59 znázorňuje vzájemnou polohu SE a BSE detektorů a jejich umístění vzhledem k objektivu.



Obr. 8.59: Ukázka vzájemné polohy detektorů a jejich polohy vůči objektivu.

## 8.6.2 DETEKCE ZPĚTNĚ ODRAŽENÝCH ELEKTRONŮ (BSE)

Zpětně odražené elektrony budou detekovány detektorem AXUV PS1ALP [37]. BSE detektor je umístěn na spodní straně objektivu, připevněný držákem k pólovému nástavci. Osa detektoru je pomocí držáku centrována do optické osy. Získaný signál je z detektoru odváděn dráty přivedenými do zesilovače a dále zpracován. Uchycení BSE detektoru na objektiv je znázorněno na obrázku 8.59, vzhled a technické údaje samotného detektoru na obrázku 8.60.



Obr. 8.60: BSE detektor AXUV PS1ALP [38].

## 9 DISKUSE VÝSLEDKŮ

Pro výpočet rozlišení byly aplikovány algoritmy popsané v Barthovi [17]. Hodnoty rozlišení byly získány pro 80% dopadajícího svazku v elektronové stopě. Rozlišení přístroje bylo nejvíce ovlivněno volbou elektronového zdroje, polohou a velikostí clony a návrhem objektivu. Jako elektronový zdroj byla zvolena autoemisní tryska pracující s urychlujícím napětím do 6 kV. Výhodou trysky je možnost regulace divergence elektronového svazku magnetickou cívkou, která slouží jako kondenzorová čočka. Z velikosti virtuálního zdroje osvětlení (15-20 nm) vyplývá, že výsledné rozmezí rozlišení se bude pohybovat v jednotkách nanometrů. Výsledné hodnoty rozlišení v tabulce 7.2 a 7.4 potvrzují předpokládané výsledky výpočtů u obou objektivů pro daný rozsah pracovních vzdáleností. Dosažené rozlišení s rezervou splňuje požadované rozlišení, které mělo být menší než 10 nm.

Je zřejmé, že první návrh magnetického obvodu je standardně používaný objektiv, který popisuje například Delong [18]. Kombinovaný objektiv v imerzním módu by měl dosáhnout nejvyššího rozlišení  $d_p = 1,96$  nm pro 15  $\mu$ m clonu v pracovní vzdálenosti 2 mm. Zaostření do menší pracovní vzdálenosti by vedlo k přesycení pólových nástavců a ke zvýšení příkonu vinutí, což by mělo nežádoucí vliv na funkci mikroskopu. Předností kombinovaného objektivu může být také možnost volby přehledového a vysokorozlišovacího módu pozorování pro stejnou pracovní vzdálenost. Hustota proudu v elektronovém svazku je ovlivněna velikostí aperturní clony. Omezení svazku menším průměrem clony logicky vede ke snížení hustoty proudu v elektronové stopě. Ne vždy je prioritou získat jen nejvyšší rozlišení, v některých případech záleží více na vyšší hustotě proudu v elektronovém svazku. Výhodou je schopnost změny velikosti aperturního úhlu za provozu, a to díky aplikaci páskové clony s několika různými průměry apertur.

Detekce signálu je u imerzních objektivů, díky magnetickému poli před objektivem, mnohem komplikovanější než u běžných objektivů. Elektrony se od vzorku pohybují zpět do objektivu po stejné trajektorii (Tssuno [39]). Implementací „in-lens“ detektorů je možné získat kvalitnější signál. V tomto případě bude pro funkci imerzního objektivu použit pouze BSE detektor, umístěný na konci pólových nástavců (obr. 8.57), a to z důvodů usnadnění výroby. Jak je vidět ze simulací trajektorie elektronů na obr. 6.21, bude detekce BSE detektorem možná, i když za cenu nižší kvality získaného signálu.

Konstrukční návrh sestavy mikroskopu a jednotlivých dílů byl podmíněn především nízkými náklady na výrobu. Jednoduchý design a nenáročný konstrukční prvky jsou v souladu se záměrem funkčnosti mikroskopu jako jednoúčelového přístroje. Nabízí se jistě více

možností konstrukčního řešení mikroskopu i technicky dokonalejších systémů, které jsou uplatňovány u sériově vyráběných mikroskopů. Mezi nové trendy bezpochyby patří řešení manipulátoru s piezoelektrickými posuvy typu „push-pull“ [34]. Manipulátor zajišťuje pohyb v rovině kolmé na optickou osu a částečnou rotaci kolem optické osy. Rozsah posuvů je omezen pouze velikostí komory. Piezoelektrické pohony je možné řídit softwarově, což bude jistě přínosem při automatizovaném řízení. Oproti ručně ovládané verzi není možný posuv v optické ose. Tento zdánlivý nedostatek bude řešen různou výškou podstavců vzorků uložených na desce manipulátoru. Zaostření pozorované roviny tak bude řízeno buzením objektivu. Z inovativního hlediska je jistě implementace piezoelektrických posuvů a jejich další vývoj v elektronové mikroskopii přínosem.

## 10 ZÁVĚR

Disertační práce se věnuje vývoji rastrovacího elektronového mikroskopu od návrhu magnetického obvodu objektivu a simulací trajektorie elektronu v soustavě až po konstrukční řešení kompletního přístroje. Mikroskop je vyvíjen především pro pozorování Shottkyho katod během procesu výroby.

Zcela původním řešením této práce je návrh magnetického obvodu objektivu. Magnetický objektiv je kombinací dvou vinutí a tří pólových nástavců. Objektiv tak může pracovat ve dvou režimech, a to jako imerzní a standardní uzavřený. Návrh byl proveden za pomoci programů MLD (Magnetic Lens Design) a ELTR (Electron Tracing). Podle simulací trajektorie elektronu optickou soustavou a popsáných výpočtů rozlišení elektronového mikroskopu byl proveden optimalizovaný návrh objektivu. K rastrování elektronovým svazkem byl zvolen elektrostatický rastrovací systém. Rastrování touto soustavou poskytuje dostatečně velké zorné pole pro pozorování v celém rozsahu pracovních vzdáleností.

Magnetický obvod a optické schéma se staly předlohou pro vypracování koncepce konstrukčního řešení elektronového mikroskopu. V programu Autodesk Inventor byla detailně vymodelována sestava mikroskopu a vyhotovena kompletní technická dokumentace, která je podkladem pro výrobu. Pro pohyb manipulátoru vzorku budou využívány piezoelektrické pohony typu „push-pull“, a polohování tak bude řízeno za pomoci softwaru. Manipulátor poskytuje pohyb vzorku pouze v jedné rovině a umožňuje částečnou rotaci kolem optické osy. Detekce elektronů bude prováděna BSE a SE detektorem podle použitého pracovního módu mikroskopu. Obraz bude následně zpracován softwarem, který je součástí řídicí jednotky.

## POUŽITÁ LITERATURA

- [1] LOUIS, B.: Sur la fréquence propre de l'électron, *Électro-optique*, Note de M. Louis de Broglie, présentée par M. M. de Broglie, (duben 2009), (<http://home.tiscali.nl/physics/>).
- [2] H. Busch: Über die Wirkungsweise der Konzentrierungsspule bei der Braunschen Röhre. *Arch. Elektrotech.* 18 (1927) 583-594 (Jena, Physikalisches Institut März 1927).
- [3] RUSKA, E.: The Development of the electron microscope and of electron microscopy, Nobel lecture, Max-Eyth-Strasse 20, D-1000 Berlin 33, December 8, 1986.
- [4] <http://www.answers.com/topic/ernst-ruska>
- [5] HAWKES, P., W.; KASPER, E.: *Principles of electron optics: Wave optics*, Academic press, London 1996.
- [6] FUJITA, H.: *History of electron microscopes*, Published in commemoration of the Xith International Congress on electron Microscopy, Kyoto, 1986.
- [7] ROBARDS, A. W., SLEYTR U., B., In: A. M. GLAUERT, Editor, *Practical methods in electron microscopy, Volume 10, Low Temperature Methods in Biological Electron Microscopy 10*, Elsevier, Oxford 1991.
- [8] <http://en.wikipedia.org/wiki/ESEM>
- [9] ARDENNE, M.: *Tabellen der Elektronenphysik, Ionenphysik und Übermikroskopie*, Deutscher Verlag der Wissenschaften 1956.
- [10] <http://www-g.eng.cam.ac.uk/125/achievements/mcmullan/mcm.htm>
- [11] GOLDSTEIN, J. I.: *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis : A text for biologists, materials scientists, and geologists*, New York: Plenum Press, 1981.
- [12] <http://www2.eng.cam.ac.uk/~bcb/cwo1.htm>

- [13] <http://authors.library.caltech.edu/5456/1/hrst.mit.edu/hrs/materials/public/ElecMicr.htm>
- [14] DEKKER, A. J.: Fyzika pevných látek. Academia Praha 1966.
- [15] KITTEL, C.: Úvod do fyziky pevných látek, Academia, Praha, 1985.
- [16] REIMER L.: Transmission electron microscopy, Physics of image formation and microanalysis. Springer-Verlag Berlin Heidelberg 1984, str. 86-99.
- [17] ECKERTOVÁ, L., FRANK, L.: Metody analýzy povrchů, Elektronová mikroskopie a difrakce, Academia Praha, 1996.
- [18] DELONG, A.; DRAHOŠ, V.: Praktická elektronová mikroskopie, Nakladatelství Československé akademie věd, Praha 1958.
- [19] REED, S., J., B.: Electron microprobe analysis and scanning electron microscopy in geology, Cambridge University Press, 2005.
- [20] SPANCE, J.: High-resolution electron microscopy, Department of Physics and Astronomy, Arizona State University, Oxford university press 2003.
- [21] SWANSON L. W.; SCHWIND G. A.: A Review of the ZrO/W Schottky Cathode, Chap. 2 in The Handbook of Charged Particle Optics, CRC Press, New York 1997.
- [22] KOLOŠ, M.: Výstupní protokol Shottkyho katody, Delong Instruments a. s., 2009.
- [23] GOODMAN, J. W.: Introduction to Fourier optics, Strandford University, 1996.
- [24] BARTH J. E., KRUIT P.: Additon of different contributions to the charged partikle probe size. Delft University of Technology, Department of Applied Physics, Delft, The Netherlands. 101. No. 3 (I996) 101-109, Wissenschaftliche Verlagsgesellschraf mbH, Stuttgart.
- [25] DRAHOŠ, V.: Speciální přístroje, VUT v Brně, Fakulta Elektrotechnická, SNTL, Praha 1971.
- [26] <http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/7.3.html>

[27] EGERTON, F. E.: Physical principles of electron microscopy an introduction to TEM, SEM and AEM. CANADA, Springer 2005.

[28] DUBRAVCOVÁ, V.: Vákuová a ultravákuová technika, vydavateľstvo ALFA, Bratislava 1992.

[29] GROSZKOWSKI, J.: Technika vysokého vákua. SNTL, Praha 1981.

[30] LENCOVÁ, B.: Software for particle optics computations, Program packages MLD and ELD, User manual, Institute of Scientific Instrument Academy of Sciences of the Czech republic, Brno 2002.

[31] HAWKES, P. W.; KASPER, E.: Principles of electron optics: Applied Geometrical Optics, Academic press, London 1996.

[32] <http://www.schneeberger.com>

[33] Крагельский И.В., Любарский И.М., Гусяков А.А., Трояновская Г. И., Удовенко В.Ф.: Трение и износ в вакууме. Москва: Машиностроение, 1973. - 216с.

[34] <http://www.golem-project.eu>

[35] [http://www.odbornecasopisy.cz/index.php?id\\_document=33904](http://www.odbornecasopisy.cz/index.php?id_document=33904)

[36] HOLUB, O., CIMPRICH, T., Fereira, A., Hurák, Z., Breguet, J., M.: Dynamical Modelling and Position Control of Ultrasonic Piezoelectric Positioning Stage. In: 2006 IEEE International Ultrasonics Symposium, 2006.

[37] <http://www.pfeiffer-vacuum.com/>

[38] <http://www.ird-inc.com>

[39] TSUNO, K., HANDA, H., MATSUMOTO, S., MOGAMI, A.: Optical properties of immersion objective lenses and collimation of secondary electrons in low voltage SEM, JEOL Ltd., 1-2, Musashino3-chome, Akishima, Tokyo 196. Japan.

## AUTOROVY PUBLIKACE

[1] CHMELÍK, R.; LOVICAR, L.; KOLMAN, P.; SPOUSTA, J.; FORET, Z.: Polychromatic coherent transfer function for a low-coherence interference microscope with achromatic fringes, Focus on Microscopy 2005 - Jena, Germany. March 20-23, 2005. Appendix to the abstract book., pp.120-120, (2005).

[2] FORET, Z.: Návrh konstrukčně zdokonalené verze reflexního holografického konfokálního mikroskopu, FSI Junior Konference 2005, FSI VUT v Brně, ISBN 80-214-3365-6, s. 63-66, 2005.

[3] FORET, Z.: A New set-up of a Reflective Holographic Confocal Microscope}, Junior scientist Conference 2006, Vienna University of Technology, Vienna, Austria, ISBN 3-902463-05-8, April 2006.

[4] JANEČKOVÁ, H.; KOLMAN, P.; VESELÝ, P.; CHMELÍK, R.; LOVICAR, L.; FORET, Z. Low-coherence holographic microscopic imaging: characteristics and time lapse recording, infocus Magazine, Vol. 42, ISSN 1750-4740, Royal Microscopical Society.

[5] KOLMAN, P.; JANEČKOVÁ, H.; CHMELÍK, R.; VESELÝ, P.; LOVICAR, L.; FORET, Z.: In vitro Dynamic Observations in a Low-Coherence Holographic Microscope, 15th Czech-Polish-Slovak Conference on Wave and Quantum Aspects of Contemporary Optics, pp. 66090 M-66096, ISBN 978-08-1946-748-5, (2007), SPIE-The International Society for Optical Engineering.

[6] LOVICAR, L.; CHMELÍK, R.; KOMRSKA, J.; MATOUŠKOVÁ, V.; KOLMAN, P.; FORET, Z.: Some factors that affect the surface measurement accuracy of a low-coherence interference microscope, 15th Czech-Polish-Slovak Conference on Wave and Quantum Aspects of Contemporary Optics, pp. 660913-660919, ISBN 978-08-1946-748-5, (2007), SPIE-The International Society for Optical Engineering.

## SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK

TEM	Transmisní elektronový mikroskop
SEM	Rastrovací elektronový mikroskop (Scanning Electron Mikroscope)
STEM	Rastrovací transmisní elektronový mikroskop
FEG	Autoemisní tryska (Field Emission Gun)
PE	Primární elektrony
SE	Sekundární elektrony
BSE	Zpětně odražené elektrony (Back Scattered Electrons)
AE	Augerovy elektrony
MLD	Design magnetických čoček (Magnetic Lens Design)
YAG	Yttrito-hlinitý granát
MKP	Metoda konečných prvků
LVEM	Nízkovoltový elektronový mikroskop (Low Voltage Electron Mikroscope)